

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA



TESIS
ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TERMO-MECÁNICO DE UNA
ALEACIÓN TI-AL-V-FE PARA APLICACIONES EN LA INDUSTRIA
AERONÁUTICA.

POR
ING. JULIO GRIMALDO LEE

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

DICIEMBRE 2016

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



TESIS

**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO TERMO-MECÁNICO DE UNA
ALEACIÓN TI-AL-V-FE PARA APLICACIONES EN LA INDUSTRIA
AERONÁUTICA.**

POR

ING. JULIO GRIMALDO LEE

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

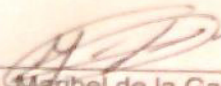
SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN,

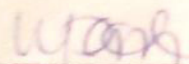
DICIEMBRE, 2016

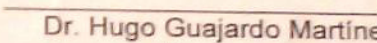
UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del comité de Tesis recomendamos que la Tesis "Estudio del comportamiento termo-mecánico de una aleación Ti-Al-V-Fe para aplicaciones en la industria aeronáutica" realizada por el alumno Julio Grimaldo Lee con número de matrícula 1305403, sea aceptada como opción para el grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

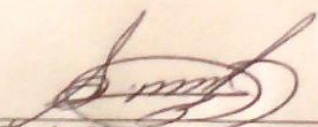
El Comité de Tesis


Dra. Maribel de la Garza Garza
Asesor


Dra. Martha P. Guerrero Mata
Revisor


Dr. Hugo Guajardo Martínez
Revisor

Vo. Bo.


Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, 19 de Octubre de 2016

DEDICATORIA

Dedico este tiempo y acciones a Dios que me permite tener todas estas bendiciones: salud, familia, trabajo, amistades y las habilidades que me permitieron realizar día con día el desarrollo de mi vida en este tiempo de tesis.

Se dedica este proyecto y trabajo a todas y cada una de las personas participantes que de alguna manera estuvieron dando soporte y solidaridad hacia este buen camino que es el de la investigación.

Especialmente a mi familia por permitir iniciar con este caminar, por su incondicional apoyo y aceptación. A mi esposa María a mi hijo que aunque sea nuevo en esta vida se las arregla para recordarme que nunca debemos desistir y buscar la óptima solución con todo y obstáculos.

A mi madre por enseñarme a ser perseverante y profesional, por darme la vida y educación, por su gran ejemplo. A mi hermano por aportar el símbolo de referencia al avanzar en el tiempo.

También quiero agradecer a mi asesora la Dra. Maribel que dio orientación y dirección a este proyecto con su experiencia y conocimientos que dieron apertura a esta línea de investigación.

A la industria Frisa Aerospace por disponer del material para la realización de ensayos que permitieron el desarrollo de este proyecto.

A los compañeros Jorge, Gaby, Omar, Mauro, Viridiana, Javier, Ernesto, Douglas y a todos los compañeros que compartieron su conocimiento, tiempo y recursos.

Finalmente e igual manera importante agradezco al programa DIMAT de la FIME a todos sus doctores y colaboradores que con sus asignaturas y enseñanzas han contribuido a una formación integral de este programa. Al CONACYT por otorgar esta oportunidad de realización de posgrado.

AGRADECIMIENTOS

A Dios

A mi Familia

A la Fime

A la Dra. Maribel de la Garza Garza

A la UANL

A Conacyt

Al Dimat

A Frisa Aerospace

A todos y cada uno de los compañeros que indirecta o directamente estuvieron de manera solidaria y compartiendo sus conocimientos.

Índice

Resumen.....	8
Capítulo 1 Introducción.....	9
1.1 Planteamiento del problema.....	9
1.2 Hipótesis.....	10
1.3 Objetivos generales.....	10
Capítulo 2 Material.....	11
2.1 Introducción.....	11
2.2 Propiedades generales del titanio.....	13
2.3 Aplicaciones.....	17
2.3.1 Industria aeroespacial.....	17
2.3.2 Industria química.....	17
2.3.3 Industria militar.....	17
2.3.4 Industria biomédica.....	18
2.3.5 Producción de energía.....	18
2.4 El titanio y sus elementos de aleación.....	18
2.5 Clasificación de fase.....	19
2.6 Aleación Ti 4Al-2.5V-1.5Fe-0.5O ₂	22
2.7 Fases y estructuras de la aleación ATI 425.....	23
2.7.1 Tipos de fases según temperatura.....	23
2.7.2 Tipos de microestructuras.....	24
2.8 Tratamiento térmico.....	27
2.8.1 Relajador de esfuerzos.....	27
2.8.2 Solubilizado y envejecido.....	27
2.8.3 Recocido.....	29
Capítulo 3 Metodología experimental.....	31
3.1 Introducción.....	31
3.2 Recepción del material.....	32
3.3 Corte y maquinado.....	33

3.4	Análisis térmico diferencial.....	34
3.5	Difracción de rayos X.....	36
3.6	Fluorescencia de rayos X.....	39
3.7	Análisis termo-mecánico (Compresión en Caliente).....	43
3.8	Tratamiento térmico.....	50
3.9	Preparación metalográfica.....	51
3.10	Caracterización por microscopia óptica.....	53
3.11	Caracterización por microscopia electrónica de barrido.....	56
3.12	Ensayo de micro dureza (Vickers).....	60
Capítulo 4	Resultados.....	61
4.1	Introducción.....	61
4.2	Análisis térmico diferencial	61
4.3	Difracción de rayos X.....	63
4.4	Fluorescencia de rayos X.....	67
4.5	Ensayos de compresión en caliente.....	68
4.6	Tratamiento térmico.....	70
4.7	Microscopia óptica.....	72
4.7.1	Microscopio óptico tratamiento termo-mecánico.....	73
4.7.2	Microscopio óptico con tratamiento térmico.....	78
4.8	Microscopio electrónico de barrido.....	81
4.8.1	Muestra sin trabajado.....	81
4.8.2	Muestras con tratamiento termo-mecánico.....	82
4.8.3	Muestras con tratamiento térmico.....	83
4.9	Ensayo de micro dureza.....	86
Capítulo 5	Discusión.....	89
5.1	Difracción de rayos X.....	89
5.2	Microscopia electrónica de barrido.....	89
5.3	Micro dureza.....	93
Capítulo 6	Conclusiones y Recomendaciones.....	94
	Bibliografía.....	95

Resumen

El presente trabajo de investigación tiene como principal objetivo el estudio de las propiedades micro-estructurales de una aleación base titanio con elementos de aleación Al-V-Fe-O para aplicaciones aeronáuticas, principalmente en anillos para turbinas. En él se encontrará la información del desarrollo paso por paso del plan de experimentación, equipos utilizados, hipótesis, justificación y conclusiones de lo que se obtuvo, enfocado en la aleación antes mencionada.

Para cumplir este objetivo se propuso realizar una simulación del proceso de forja. Con una caracterización micro estructural previa y posterior al trabajo termo mecánico, para reconocer e identificar las transformaciones en la microestructura, se realizaron ensayos mecánicos de compresión en caliente a diferentes temperaturas las cuales se utilizan en el proceso de forja en caliente (905°C y 955°C) con diferentes velocidades de deformación (0.1 mm/s y 0.01 mm/s), posterior al tratamiento de deformación en caliente se realizó un tratamiento térmico con temperaturas de calentamiento de 700 y 986°C durante una hora, con enfriamientos al aire y al agua. Esto con la finalidad de caracterizar el material bajo diferentes condiciones las cuales se pretende generar diferentes microestructuras.

Palabras clave: Ti425, Transformaciones de fase, Compresión en caliente, DRX, Tratamiento de Solubilizado.

Capítulo 1

Introducción

En el siguiente estudio se hablara de los materiales altamente aleados, en este caso conocidos como aleaciones, las cuales generalmente presentan propiedades superiores a las aleaciones ya conocidas y referidas aleaciones de hierro - carbono. Las súper aleaciones presentan un gran desempeño al trabajo en altas temperaturas, estabilidad superficial, excelente resistencia a la oxidación, desgaste y corrosión a temperatura ambiente.

En aplicaciones aeronáuticas, específicamente las aleaciones de titanio son altamente utilizadas como componentes de los motores (alabes de turbina), despegues espaciales, anillos de turbinas, entre otras. Esta preferencia se debe a que este tipo de aleaciones tienen propiedades superiores como dureza, densidad, propiedades mecánicas en general. Por lo que la investigación de este material se sustenta por sus amplias y posibles aplicaciones, a su rentabilidad y funcionabilidad.

1.1 Planteamiento del Problema.

En la actualidad, el interés de desarrollar materiales que sean cada vez más resistentes en ambientes de trabajo complejos, ha hecho que las aleaciones metálicas denominadas de alta aleación, sean un tema de gran importancia e impacto tecnológico para la industria aeronáutica y de generación energética.

Costos de producción reducibles con la sustitución de elementos de aleación que mejoran en propiedades comparadas con las aleaciones similares. Específicamente substituir la aleación Ti 64 por la aleación Ti 425.

Ubicar la vía de programación de trabajo sobre la aleación con el fin de encontrar las mejores propiedades simulando el proceso de forja.

1.2 Hipótesis

Se propone acreditar el uso de esta aleación Ti 425 para uso de anillos para turbinas por medio de forja en caliente posterior un tratamiento térmico, ubicando la óptima metodología para la obtención de este posible producto en temperatura, tiempo y en su tratamiento térmico. Optimizando el costo de producción.

Se cree que al someter el material a una simulación física del proceso de forja, se ubicaran los mejores parámetros a seguir para obtener un producto óptimo el cual pueda competir con la aleación Ti 64 que es más costosa que la aleación muestra Ti425.

1.3 Objetivos generales

- Determinar el efecto de las fases α y β de la aleación Ti-4Al-2.5V en su microestructura, después de diversos trabajos termo-mecánicos, tratamientos térmicos, así como identificar los alcances que puede llegar a tener esta aleación para la fabricación de piezas en la industria aeronáutica.

Objetivos particulares

- Determinar el efecto de la temperatura de los diversos termo mecánicos y tratamientos térmicos, sobre las fases $\alpha + \beta$
- Determinar el efecto de la micro dureza después de los tratamientos termo mecánicos y tratamientos térmicos.

Capítulo 2

Material

2.1 Introducción

William Gregor descubrió el titanio en 1791 siendo este un reverendo. Lo encontró como arena magnética en el conocido lago Elford, en el valle de Menachan en Cornwall, Inglaterra. Primeramente tomo como nombre “merchanite”. Posteriormente el químico oriundo de Berlín Martin Heinrich Klaproth revelo óxido de titanio de una forma independiente a partir de un mineral llamado Rutilio.

En la antigüedad en la cultura griega se conoce a los hijos de Urano y Gaia, los cuales eran titanes. Estos titanes eran odiados por su padre por lo que por medio lo detuvieron y lo capturaron en la corteza terrestre, similar esta corteza terrestre a las propiedades del titanio por lo que se dio este nombre el cual este mineral tuvo la capacidad de retener a este gran titán. Wilhem Justin Kroll de Luxemburgo es reconocido como el padre de la industria del titanio.

En el año de 1932 se produjeron cantidades significativas de titanio mediante la combinación de TiCl_4 . En EUA se corrobora la extracción de titanio comercialmente mediante la reducción de TiCl_4 del cambiando el agente reductor de calcio y magnesio, a este proceso de reducción se le llama Kroll y es el utilizado actualmente.

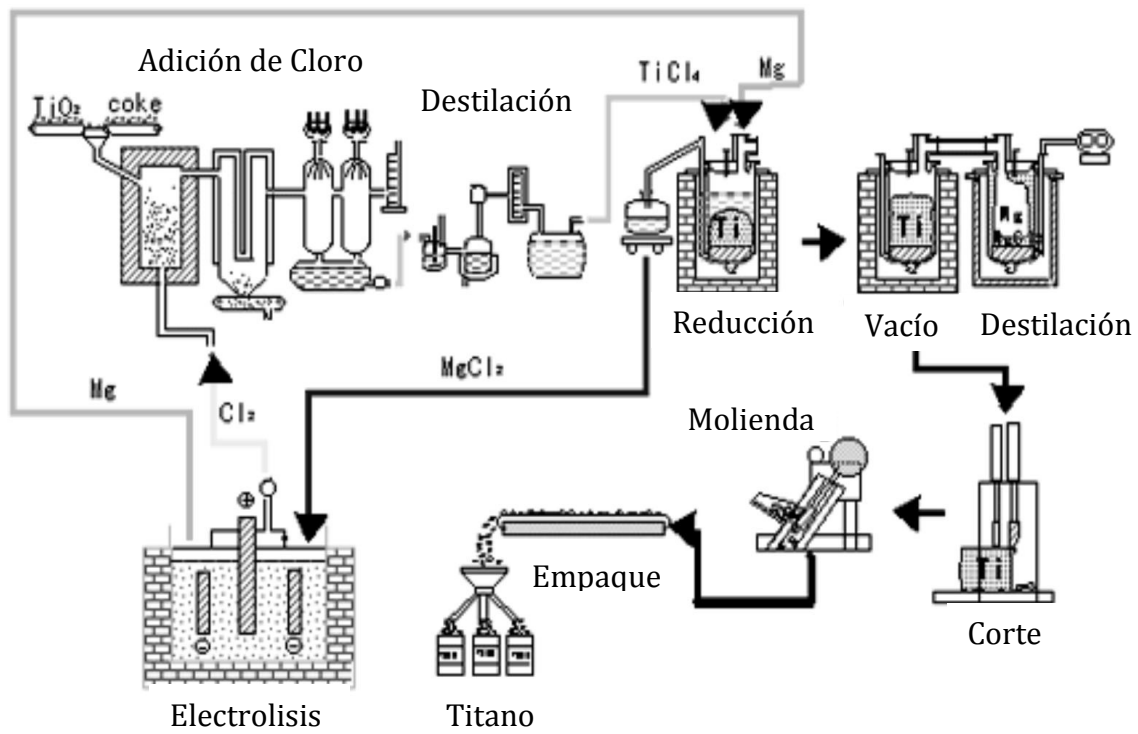


Figura 1.1 Diagrama de flujo del proceso Kroll. Mod.

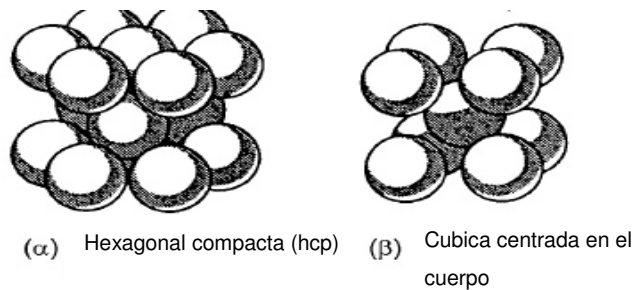
2.2 Propiedades generales del Titanio

Las propiedades del titanio son distintivas en la mayoría de las aplicaciones debido a sus características entre las cuales se encuentran las de densidad que es de $4,51 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ (siendo casi dos veces menos que el hierro), con una alta temperatura de fusión de $1670 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (1943°K) la cual le da una gran variedad aplicación en los sistemas aeronáuticos, militares balística y electrónica, su alta resistencia a la corrosión a temperatura ambiente, baja conductividad eléctrica.

Propiedades	Descripción
Numero atómico	22
Peso atómico	47.9
Volumen atómico	10.6 W/D
Radio covalente	1.32 Å
Potencial iónico	6.8282 V
Estructura cristalina	
Alfa ($\leq 882.5^{\circ}\text{C}$)	Hexagonal compacta
Beta ($\geq 882.5^{\circ}\text{C}$)	Cubica centrada en el cuerpo
Color	Gris oscuro
Densidad	4.51 g/cm^3
Punto de fusión	$1668 \pm 10^{\circ}$
Calor específico	$0.5223 \text{ kJ/kg}\cdot\text{K}$
Conductividad térmica	$11.4 \text{ W/m}\cdot\text{K}$
Dureza	70 to 74 HRB
Tensión	240 Mpa
Módulo de Young	120Gpa
Coefficiente de fricción	0.8 - 0.68
Conductividad eléctrica	3% IACS
Resistencia eléctrica	$420 \text{ n}\Omega\cdot\text{m}$
Electronegatividad	1.5 Pauling
Temperatura de resistencia eléctrica	$0.0026/^{\circ}\text{C}$
Susceptibilidad magnética	$180 (\pm 1.7) \times 10^{-6} \text{ mks}$

Tabla 1. Propiedades físicas del titanio. Mod.

El titanio es un elemento alotrópico a temperatura ambiente, es de estructura hexagonal compacta (hcp), después de superar el calentamiento o la temperatura de transición de los 882 °C la estructura se modifica hacia una Cubica centrada en las caras (bcc). En el titanio se conocen las fases α y β las cuales corresponden a las estructuras hcp y bcc respectivamente. Para darle justa selección a la distribución de fases en el titanio como en la mayoría de las aleaciones existen los elementos aleantes, los cuales en el caso del titanio comúnmente se usan los siguientes: Aluminio, Vanadio, Hierro, Molibdeno, Silicio, Zirconio, Cromo, Niobio, Carbono entre otros.



Alfa	Alfa + Beta (80-20)	Alfa + Beta (50-50)	Alfa + Beta (20-80)	Beta
Unalloyed Ti	Ti-5Al-6Al-6Sn-2Sn-2Zr-4Zr-1Mo-2Mo-0.2Si	Ti-6Al-4V	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al
Ti-5Al-2.5Sn	Ti-8Al-1Mo-1V			Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn
				Ti-13V-11Cr-3Al
	Resistencia a creep Mayor soldabilidad		Alta densidad Respuesta a TT Mayor dureza Resistencia a creep Mayor deformación Mayor soldabilidad Mejor maquinabilidad	

Figura 1.2 Clasificación de los elementos de aleación para el titanio.

Elementos de aleación como el aluminio, plomo y oxígeno son conocidos como estabilizantes de la fase Alfa (α), los cuales al incrementar la temperatura permanece estable la fase alfa a la que normalmente no resistiría sin estos elementos. Molibdeno, Vanadio y Tungsteno pueden estabilizar la fase Beta (β) y reducir el rango de temperatura de transformación de esta fase.

Elemento de Aleación	Rango aproximadamente en %	Efecto en la Estructura
Aluminio	2 al 7	Estabilizador α
Plomo	2 al 6	Estabilizador α
Vanadio	2 al 20	Estabilizador β
Molibdeno	2 al 20	Estabilizador β
Cromo	2 al 12	Estabilizador β
Cobre	2 al 6	Estabilizador β
Zirconio	2 al 8	Fortalece α , β
Silicio	0.2 al 1	Mejora la resistencia al desgaste

Tabla 1.2 Efecto y porcentajes de distintos elementos de aleación para el titanio

La producción del titanio de manera industrial, generó gran desarrollo e investigación de este material ya que mostraba excelentes características en sus propiedades físicas y químicas superiores al entonces utilizado hierro. Se encontró que el titanio tiene gran afinidad al Oxígeno, Nitrógeno y el Hidrógeno. Lo que

conviene al utilizarlo en las aplicaciones naval, química, medicina, automatización, y al ser resistente a la oxidación a temperatura ambiente y su bajo peso molecular.

Todas las investigaciones apuntan a un mejor conocimiento y entendimiento de los procesos de manufactura de titanio y aleaciones para mejorar sus propiedades físicas y químicas. Los tipos de aleaciones de titanio más utilizadas y referidas en este estudio son las de dos fases los llamados ($\alpha+\beta$).

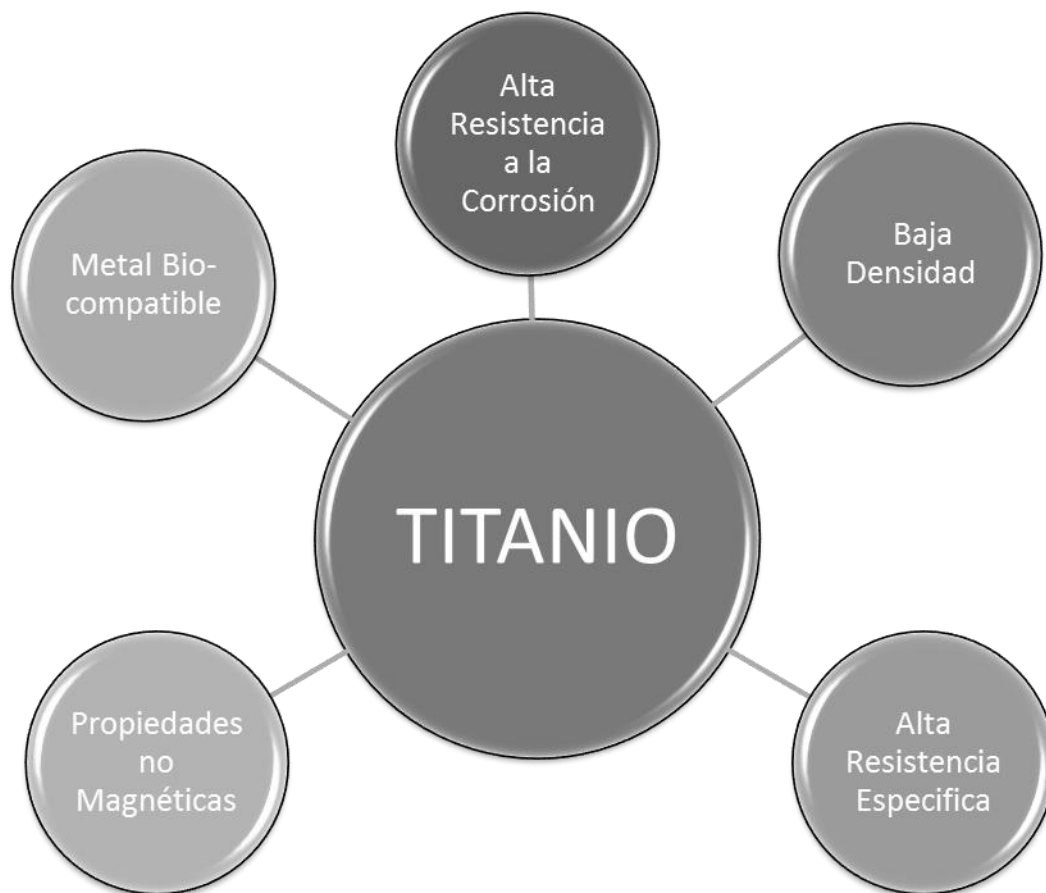


Figura 1.3 Principales propiedades del titanio y sus aleaciones

2.3 Aplicaciones

2.3.1 Industria Aeroespacial

En la actualidad, las aleaciones de titanio representan del 6 al 9% de masa en los aviones comerciales, uno de los más importantes componentes en el sistema de turbinas son los anillos del Boeing 777 realizados bajo forja en caliente. Otros componentes importantes son los de alabes de turbina, discos y cárter. El titanio es ideal para este tipo de componentes por su gran capacidad de trabajo en caliente la cual la temperatura de trabajo de los aviones ronda aproximadamente en los 600°C. También aplicables en la realización de componentes de naves espaciales en tanques de combustible por su alta resistencia a la corrosión y sus propiedades de resistencia a bajas temperaturas, también en componentes electrónicos al aislar los circuitos de los tableros de las naves.

2.3.2 Industria Química

Se utiliza en la soldadura de tuberías de transporte de hidrocarburos ya que presenta una gran resistencia a la corrosión, ya que en estas soldaduras se hace presente el fenómeno de corrosión galvánica. Aunado a la aplicación del trabajo de perforación en altamar por su gran dureza, densidad y resistencia a la oxidación a temperatura ambiente.

2.3.3 Militar

Las aleaciones de titanio en la industria militar se enfocan en fuselaje de aviones de combate, también como blindaje y al construir vehículos ligeros, pero lo más impresionante es que se utilizan para el cuerpo entero de los submarinos nucleares por sus características.

2.3.4 Biomédica

Principalmente porque el titanio se considera inerte en el cuerpo humano se usa para reemplazar ligamentos, huesos, rotulas y componentes bucales. El titanio tiene la capacidad de integrarse casi directamente con el tejido humano y al óseo, las cuales permiten estas grandes aplicaciones y beneficios para aquellos que necesitan un implante de este tipo.

2.3.5 Producción de energía.

En estados unidos las aleaciones de aluminio son usados en los circuitos secundarios de las plantas nucleares, también en aplicaciones geotérmicas como intercambiadores de calor debido a la resistencia a la corrosión y a la erosión y por último se utiliza en componentes de turbinas generadoras de energía en la presas.

2.4 Titanio y sus elementos de aleación

El titanio puede cristalizar en diferentes estructuras de la misma forma que otros elementos como el Ca, Fe, Zr, C, entre otros. Los cuales crean sus estructuras a diferentes rangos de temperaturas dependiendo del elemento y aleación. El titanio puro como se mencionó en el capítulo uno tiene una fase Alfa (α) de Estructura Hexagonal Compacta (HCP) a temperatura ambiente y a partir de los 882 °C se transforma micro estructuralmente en otra llamada Cubica Centrada en el Cuerpo fase Beta (β).

Adicionando otros elementos a una base en este caso el Titanio se pueden controlar la proporcionalidad de presencia de las fases a manera de lograr un equilibrio entre estas micro estructuras para obtener resultados deseados en la

aleación. Por lo que se denominó a estos elementos de la siguiente forma según su actuación en la microestructura. [20]:

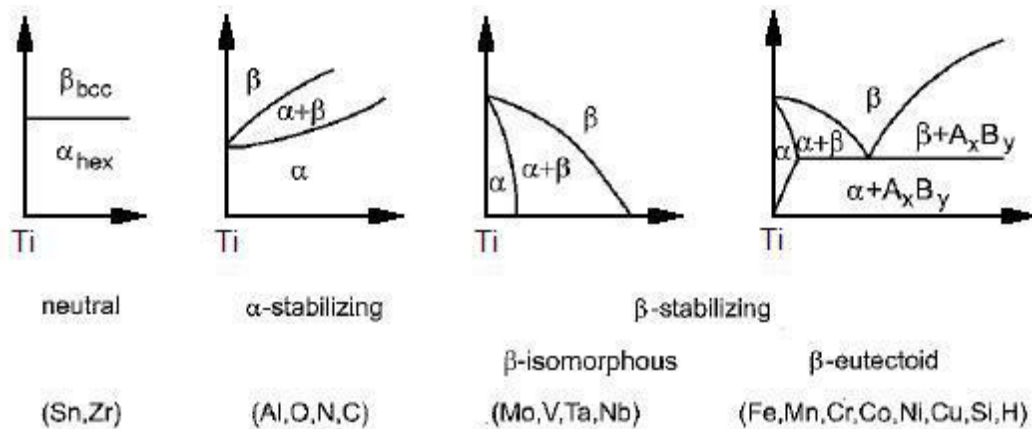


Figura 2.1 Diagramas de fase de los elementos de aleación y el titanio

2.5 Clasificación de Fase

En función de la fase o micro estructura dominante se clasifican a temperatura ambiente las diferentes variantes de aleaciones base titanio:

- **Aleaciones Tipo Alfa (α):** Pueden ser soldadas, son difíciles de realizarles un deformado en frio, presentan buen comportamiento a fluencia, debido a que la fase alfa domina casi en su totalidad en la muestra. Son bastantes estables en trabajo hasta los 650°C y tienen una resistencia a la corrosión hasta la temperatura de 1100°C. (Ejemplo la aleación Ti8Al1V1Mo)

En las aleaciones de titanio α el efecto de los aleantes usados es generalmente el de producir un aumento de la temperatura de transición de β . De los elementos estabilizadores de la fase α los más interesantes industrialmente y los más empleados son el aluminio y el estaño [3].

Habitualmente estas aleaciones contienen un 5% de aluminio y 2,5% de estaño. Pese a que también estabilizan la fase α el carbono, nitrógeno e hidrógeno, en general se tiende a eliminarlos, pues son perjudiciales. La presencia de hidrógeno provoca la formación de hidruros, los cuales favorecen la fragilidad y alteran enormemente el comportamiento mecánico, sobre todo a fatiga.

- **Aleaciones Tipo Alfa más Beta ($\alpha+\beta$):** Actualmente son los mayormente utilizados en aplicaciones generales y particularmente en las aeroespaciales.

Las aleaciones α/β se han desarrollado debido a la mala forjabilidad de las tipo α , su reducida resistencia en frío y fragilidad cuando se intenta incrementar su resistencia adicionando elementos de aleación.

Todas ellas contienen elementos estabilizadores de la fase β que posibilitan la realización de tratamientos térmicos y elementos estabilizadores de la fase α que mejoran las características mecánicas, en especial a alta temperatura. Son establemente estructurales a la temperatura de 450°C y pueden ser modificadas aún más con tratamientos térmicos con el fin de obtener mayores propiedades mecánicas. Además pueden ser deformadas en frío y soldarse con precaución.

En este tipo de aleación se proporciona casi en cantidades semejantes en la fase alfa α y beta β . (Ejemplo la aleación Ti-4Al-2.5V, Ti-6Al-4V). Como ejemplo de estos elementos aleantes modificadores de fase presentamos este diagrama:

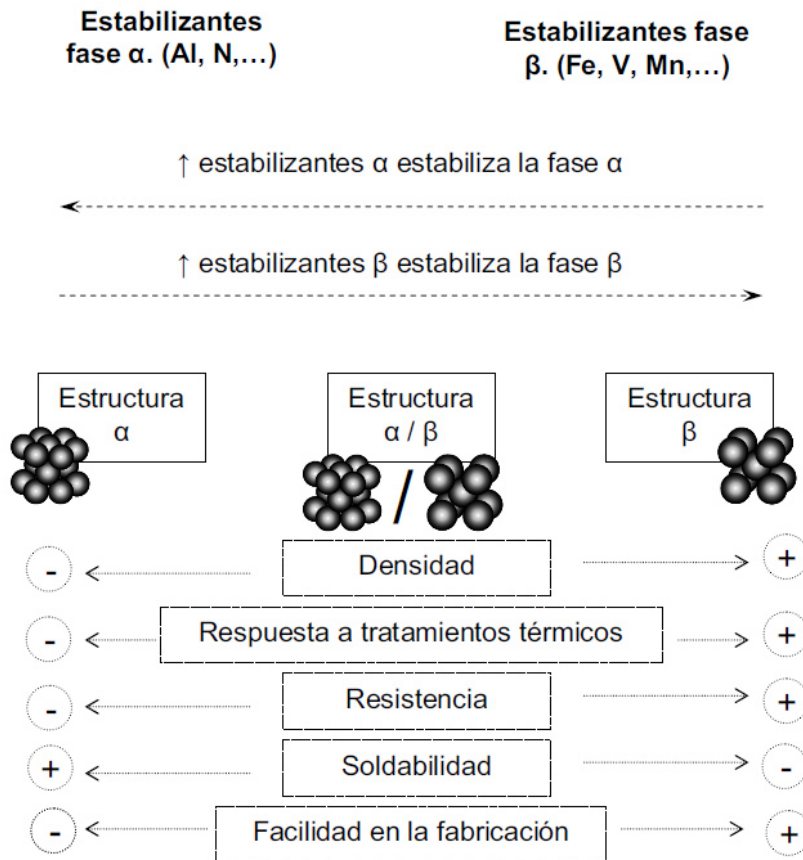


Figura 2.2. Efecto de los elementos de aleación en la microestructura de las es de titanio [24]. Mod

- **Aleaciones Tipo Beta (β):** Como su nombre lo indica este tipo de aleaciones base titanio tienen mayor mente estructura Cubica Centrada en el Cuerpo (BCC) En éste tipo de aleaciones, el elevado contenido en elementos estabilizadores de la fase β (Cr, V, Mo...) impide que se produzca una transformación completa desde el estado beta, estabilizando dicha fase a temperatura ambiente la cual hace que sean menos estables que las otras anteriores.

A pesar de ello, la mayoría de estas aleaciones contienen pequeñas cantidades de estabilizadores de la fase α con el fin de permitir el endurecimiento por precipitación de segundas fases, incrementando con ello sus propiedades mecánicas, resistencia al desgaste y tenacidad.

Este tipo de aleaciones se caracteriza por poseer buena tenacidad a la fractura y elevada resistencia a tracción aunque, por otra parte, presentan transformación dúctil-frágil, por lo que no deben emplearse a bajas temperaturas.

2.6 Aleación Ti 4Al-2.5V-1.5Fe-0.5O₂

La aleación de titanio utilizada en este proyecto con 4% de Aluminio y 0.5O₂% estabilizante de la fase α , para la fase β un 2.5 de vanadio y 1.5 de Fe que son sus estabilizadores. La cual es la llamada ATI 425, aleación categorizada por el fabricante como innovadora con las mejores propiedades de una aleación alfa-beta del titanio, comparable en dureza y resistencia a la fractura con la conocida aleación Ti-6Al-4V.

Esta aleación inicialmente se enfocó en cubrir los campos de protección balística y conforme a la investigación se encontró que tiene excepcional resultado en trabajo en caliente. Los porcentajes posibles de esta aleación son los siguientes:

Elemento	Al	V	Fe	O	C	N	H
Min	3.5	2	1.2	0.2	-	-	-
Max	4.5	3	1.8	0.3	0.08	0.03	0.015

Tabla 2.1 Elementos que componen la aleación ATI425 con límites de adición. Mod

La aleación de la cual se hablara en este trabajo fue seleccionada para simular el proceso de producción de un anillo con el fin de identificar la evolución micro-estructural. Si se generan adecuadas condiciones iguales o superiores a la aleación Ti-6Al-4V esta última se reemplazara ya que es más costosa que la ATI 425.

Alloy	UTS (Mpa)	YS(Mpa)	E(%)	RA(%)	G(Gpa)
Titanio Puro Grado 4 AMS 4921	552	483	15	30	45
Ti64 AMS 4928	896	827	10	25	43
ATI425 AMS 6948	931	862	15	30	46

Tabla 2.2 Propiedades mecánicas de titanio puro, Ti64 y Ati425 para un diámetro de 2-4 pulgadas. mod

2.7 Fases y Estructuras de la aleación ATI 425

La naturaleza de una aleación tipo bifásica ($\alpha+\beta$), contiene una cierta proporción de fase β y cierta proporción de fase α a temperatura ambiente. Y al tratar de modificarla, esta proporción se basa en la función de los tratamientos de proceso que se le otorguen al material así como al porcentaje de aleantes y el contenido intersticial.

Al realizarles tratamientos térmicos a este tipo de aleaciones base titanio se pueden generalizar las presencias de ambas fases según su temperatura de calentamiento así como el proceso de enfriamiento y su velocidad. Esto desencadena que la microestructura inicial cambie y se combine lo que se indagara en el siguiente punto.

2.7.1 Tipos de Fases según temperatura

- **α' (Martensita Hexagonal Compacta)** Esta transformación de fase tiene lugar cuando la aleación es templada desde la temperatura de 900°C. Apareciendo una parte de fase β la cual se transformara en α' , a esta se le observa una micro-estructura tipo no circular o algunas veces como finas laminas.

- **α'' (Martensita Ortorrónica)** Esta fase se crea desde fase β la cual es resultado de un enfriamiento por agua, similar al anterior, solo que esta se calienta en un rango de los 750-900°C. Este tipo de martensita es más suave que la α' . La formación de la martensita ortorrónica también puede ser generada por compresión mecánica desde la fase meta estable β .
- **ω (Precipitación Omega)** Puede ocurrir en el rango de temperaturas de 200-350°C durante un envejecido.
- **α_2 (Precipitados Ti_3Al)** Para formar esta variación se tiene que envejecer a una temperatura alrededor de 500-600°C. La presencia de Ti_3Al promueve el crecimiento de planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$

2.7.2 Tipos de microestructuras.

A continuación identificaremos como podemos alcanzar las diferentes microestructuras ya comprobadas para la aleación Ti-6Al-4V, usada como referencia para nuestra aleación ATI425.

- **Estructuras Laminares.-** Se pueden formar de manera sencilla aplicándoles un tratamiento térmico. Iniciando desde una temperatura por encima de temperatura de transición de fase α a fase β , la velocidad de enfriamiento determinara el tamaño de las láminas.

Se caracteriza por un enfriamiento lento de 15 °K/min sucediendo dentro del horno la cual generara placas gruesas de fase α empezando en los

límites de grano de β y en el caso contrario de un enfriamiento rápido o temple se generan laminas muy delgadas como agujas como martensita hexagonal Compacta (α').

- **Micro estructura Equiaxial.-** En este tipo de micro estructura se necesita un trabajo termo-mecánico alrededor de más de 75% de deformación, incluyendo una temperatura de los dominios del intervalo bifásico ($\alpha+\beta$). Durante este proceso las láminas de α son transformadas en granos equiaxiales de α . Seguido de un recocido a una temperatura de alrededor de 700°C el cual produce la llamada “micro estructura molino de recocido”.

El resultado es muy dependiente del trabajo anterior del tratamiento termo-mecánico. Otra posibilidad de obtener granos equiaxiales es una recrystalización del material deformado a temperatura bifásica, a 925°C durante 4 horas, seguido de un enfriamiento lento. En este segundo proceso se obtiene una micro estructura más reproducible o más formable, pero el tamaño de grano α que se obtiene son del orden de 15-20 μm en lugar de 8-10 μm .

- **Microestructura Bimodal.-** Consiste de granos aislados de alfa dentro de una matriz de beta. Este tipo de micro estructura es obtenida desde un enfriamiento rápido desde el rango de temperaturas de bifase ($\alpha+\beta$) (aproximadamente desde 750 a 1000°C).

Después del templado la fase β es transformada en α' o α'' en función de la temperatura del recocido los granos alfa permanecen sin cambio.

Todo esto se basa en el diagrama de transformación de la aleación Ti-6Al-4V el cual se muestra en la siguiente figura:

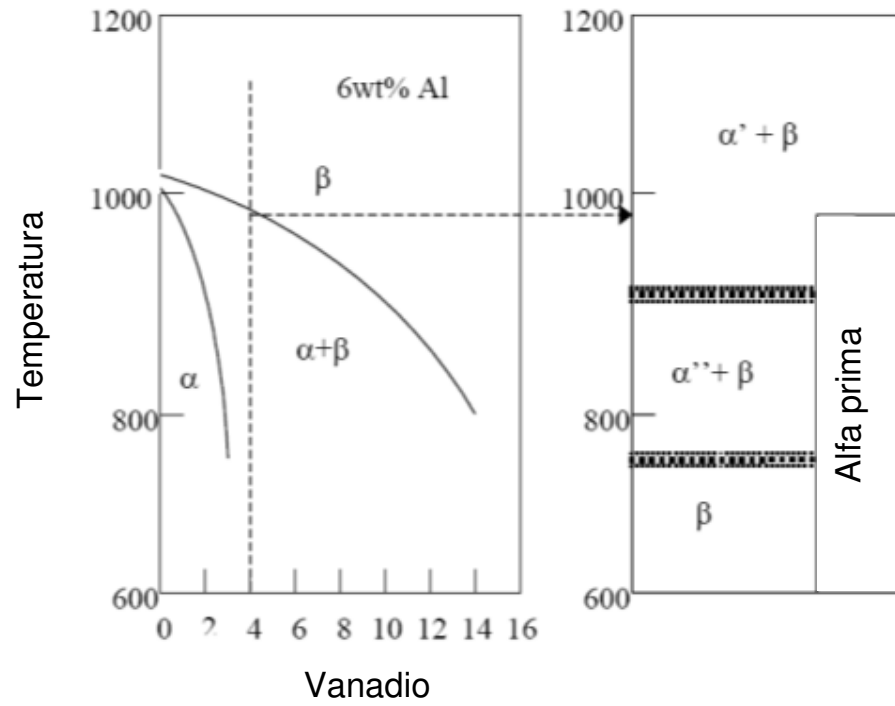


Figura 2.3 Ilustración de enfriamientos y diferentes microestructuras de aleación Ti-6Al-4V

2.8 Tratamiento térmico

Los tratamientos térmicos pueden modificar la estructura inicial de un material en función de generar propiedades específicas según los requerimientos finales, entre ellos están los que reducen los esfuerzos residuales, generadores de óptima combinación y ductilidad, maquinabilidad, estabilidad estructural, incremento de deformación, resistencia a la fractura, a la fatiga, y fractura a alta temperatura.

2.8.1 Relajador de esfuerzos

Los tratamientos de relajación de esfuerzos reducen los indeseables esfuerzos residuales que se generan en los trabajos previos como por ejemplo: Forja, estampado, soldadura, maquinado y moldeo.

La eliminación de estos esfuerzos residuales mejora la estabilidad de la forma obtenida después de estos trabajos previos. Las aleaciones de titanio pueden ser liberadas de esfuerzos residuales sin afectarles la ductilidad o dureza. Un ejemplo de un tratamiento térmico liberador de esfuerzos es de 2 (dos) horas a 540°C.

Este tratamiento el de relajador de esfuerzos puede hacerse en conjunto con un recocido o temple. Un ejemplo de esto es cuando se realiza forja y se generan esfuerzos residuales estos pueden ser eliminados por medio de un recocido antes del maquinado final.

2.8.2 Solubilizado y envejecido.

En el tratamiento de solubilizado y envejecido, existen grandes rangos de terminado de dureza final los cuales pueden ser alcanzados por este tipo de tratamiento térmico. Desde la temperatura de calentamiento de las aleaciones $\alpha+\beta$ por encima de la temperatura fase β se realiza un solubilizado (temple) y posterior envejecido desde esta temperatura, β se transforma en α' que proporciona un material de alta resistencia.

El tiempo y la temperatura a usar son de gran variación entre las condiciones mencionadas anteriormente aunado al grosor de α' .

Las combinaciones de Temperatura /Tiempo para aplicaciones industriales en cuestión de solubilizado son para aleaciones $\alpha+\beta$ son las siguientes.

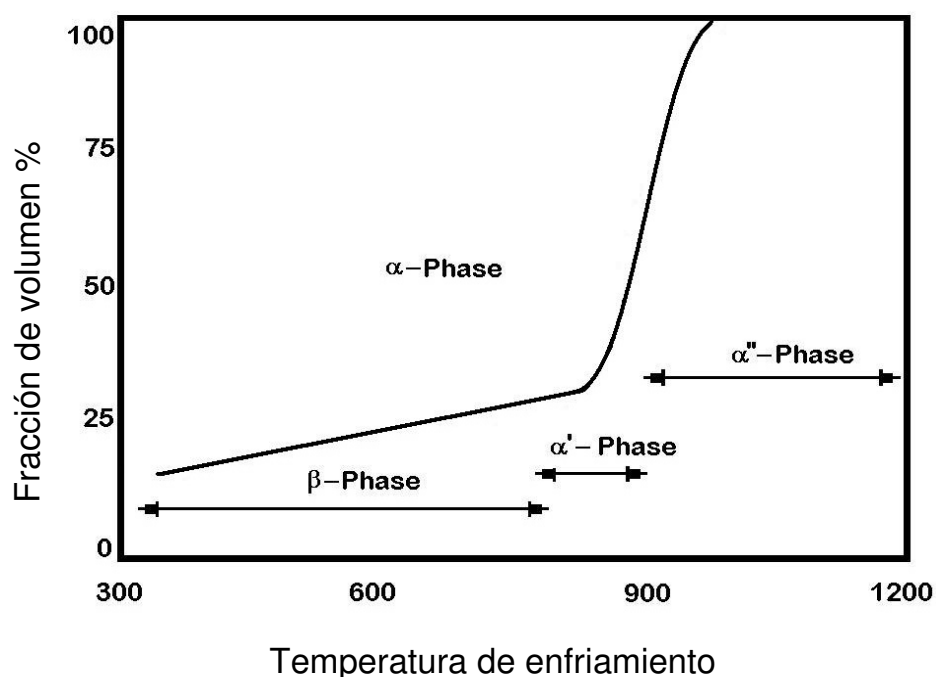


Figura 2.4 Diagrama de volumen de fracción contra temperatura de enfriamiento. Mod

A continuación se presentan recomendaciones de solubilizado para la aleación Ti 6Al 4V que sirve como referencia para los realizados a la aleación Ti 4Al 2.5V 1.5Fe.

Temperatura de solución (°C)	Tiempo de Tratamiento (hr)	Tipo de enfriamiento	Temperatura de recocido (°C)	Tiempo de tratamiento (hr)
955-970	1	Agua	480-595	4-8

Tabla 2.3 Recomendaciones para solubilizado aleación Ti64.

La temperatura de solubilizado genera las proporciones de $\alpha+\beta$ e influye en las propiedades mecánicas después de un envejecido y enfriamiento rápido por medio de agua. Para obtener mayor fortaleza con adecuada ductilidad, es necesario usar temperaturas en el rango de $\alpha+\beta$ en el tratamiento de solubilizado, normalmente por debajo de transición de β alrededor de 25 a 85°C.

Si se desea una alta resistencia a la fractura o gran resistencia a la corrosión es necesario usar un solubilizado en el campo de β . Considerando que este tipo de tratamiento de solubilizado en el campo de temperaturas mayores a fase β generan materiales de baja ductilidad.

2.8.3 Recocido.

El recocido aumenta la resistencia a la fractura, a la ductilidad a temperatura ambiente, estabilidad dimensional y estabilidad térmica. Es importante mencionar que al mejorar alguna de estas propiedades de estas aleaciones $\alpha+\beta$ se crean a expensas de otras propiedades, es decir al mejorar una propiedad otra decrece.

La selección del ciclo de recocido debe ser coherente con el objetivo del tratamiento. Los tratamientos de recocido más comunes son:

- **Recocido:** Es un tratamiento de propósito general que se da a todos metales de fundición. Puede dejar rastros del trabajo en frío o en caliente dentro de la microestructura de productos altamente trabajadas, particularmente en hojas o laminados.

Las condiciones de recocido más utilizadas son en temperaturas de 710 y 790°C durante 1 a 4 horas seguido de un enfriamiento por aire.

- **Recocido Dúplex:** Este tratamiento térmico se caracteriza por hacer un recocido doble, influye en la distribución de fases mejorando la resistencia a la fluencia o resistencia a la fractura así como micro estructura. La mayoría de las ocasiones esto se genera por medio de la introducción de la fase acicular α . Las condiciones para llevar a cabo este tratamiento térmico son dos: la primera se inicia con un recocido a 900 C durante 1 hora,

enfriado por aire y posteriormente se termina con otro recocido de 788°C durante 0.25 horas y una ocasión más se enfría por aire.

- **Recocido de re cristalización:** Este tipo de recocido es utilizado para mejorar la resistencia a la fractura. Primero la aleación se deforma, por ejemplo por laminación con una reducción de volumen no inferior a 60% del material antes del tratamiento mecánico. Al deformarlo la aleación se calienta al límite superior del rango de la temperatura de $\alpha+\beta$ manteniendo la allí por el rango de 2 a 3 horas y dejándola enfriar en el horno o muy lentamente.
- **Recocido Beta:** Este tipo de recocido también mejora la resistencia. Este tipo de recocido se realiza a temperaturas superiores a temperatura β con el fin de evitar el crecimiento excesivo de grano. Los tiempos del recocido dependen de las dimensiones del material a tratar y deben de ser suficiente para la completa transformación.

El tiempo a la temperatura de post transformación debe de ser el menos posible para limitar el crecimiento de grano, el enfriamiento de largas secciones debe de ser acelerado por un ventilador o inclusive enfriado por agua para prevenir la formación de fase en los límites de grano de fase β . Enderezamiento, tamaño y aplanamiento de las aleaciones de titanio a menudo son necesarios con el fin de satisfacer los requisitos dimensionales.

Capítulo 3

Metodología Experimental

3.1 Introducción.

En el presente capítulo se plasma el proceso y planeación de la metodología experimental, así como los detalles particulares de cada análisis y su explicación.

Con el fin de aprobar o descartar la hipótesis propuesta en el capítulo segundo. El material se recibió de la colada, del fabricante ATI Technologies. El material se maquina adecuadamente a cada método experimental según la literatura y las normas internacionales.

A continuación se referirá el proceso de experimentación:

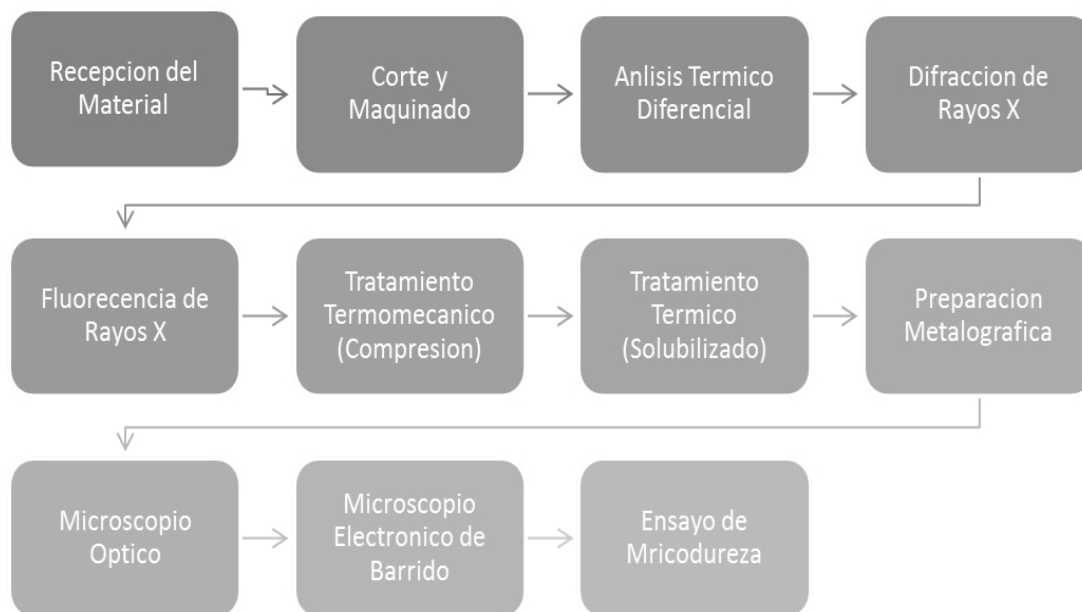


Figura. 3.1 Diagrama de proceso de experimentación

3.2 Recepción del Material.

El material fue solicitado por el sistema escolar de la facultad de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica representado por la Dra. Maribel de la Garza quien es la tutora de este proyecto. A la Empresa Frisa Superalesaciones siendo el Dr. Hugo Guajardo Martínez el Jefe del departamento de Metalurgia.

El material Ti425 fue entregado después de colada sin ningún tratamiento posterior. Anunciando la siguiente composición química.

Química			
Elementos	método	Centro	Superficie
Al	Fluorescencia X	4.23	4.18
V	Fluorescencia X	2.46	2.48
Fe	Fluorescencia X	1.44	1.28
C	Combustión/IR	0.007	0.009
N	Fusión Inerte de Gas	0.003	0.003
O	Fusión Inerte de Gas	0.26	0.26
Ti	Fluorescencia X	Balance	Balance

Tabla 3.1 Señala porcentajes de composición química individualmente para cada elemento de la aleación.

La composición señalada en la tabla corresponde y reside dentro de los límites de cada elemento en la aleación, lo establecido en la norma ASTM 6946.

Esta composición se comparara en con la posterior metodología de Fluorescencia de rayos X realizada por parte de esta investigación.

3.3 Corte y Maquinado.

El corte se llevó a cabo inicialmente para realizar los trozos más grandes con una cortadora tipo sierra cinta la cual dividió el material en volúmenes pequeños más fácil de manipular.

Posterior al macro corte, el material se maquina en un torno convencional y se dieron forma a probetas cilíndricas específicas a manera de que cumplan con lo indicado en la realización de análisis de compresión en caliente (Análisis Termo-Mecánico).

Al realizarse el ensayo de compresión en caliente se procedió a cortar la probeta para su análisis transversal. En esta ocasión el método de corte fue por medio de una cortadora de disco Struers®, en este caso el disco era de tipo corte diamante marca Struers® Modelo 31 (305 mm ϕ X 1.8 mm X32 mm ϕ).

El cuál es el ideal para cortes más finos, sin consumir mucho material en el corte, así como es el ideal para este tipo de aleaciones de titanio.

3.4 Análisis Térmico Diferencial.

En este método de apoyo a la experimentación se busca ubicar las transformaciones de fase para ubicar y corroborar las transiciones de una estructura cristalina a otra, ya que trabajaremos con tratamientos térmicos por lo que debemos cerciorarnos de alcanzar la temperatura óptima para generar lo propuesto.

Permite estudiar las transformaciones reversibles o irreversibles acompañadas por intercambios de calor que ocurren en los materiales sumisos a un tratamiento térmico. Durante el análisis, estos intercambios de calor son identificados por dos termopares, que miden la diferencia de temperatura entre la muestra en examen y un material inerte de referencia en las mismas condiciones térmicas y en el mismo horno.

El estándar de referencia tiene que ser elegido de tal manera que no sufre ninguna transformación durante el ciclo térmico utilizado para examinar la muestra. Alúmina y carburo de silicio son estándar de referencia adecuados para los sólidos.

La técnica se basa en el hecho de que una sustancia, cuando es calentada, sufre transformaciones y cambios de fase que conducen a la absorción o liberación de calor. Por ejemplo, en correspondencia de las transformaciones de fase, el calor latente de la transformación será absorbido o liberado y la temperatura de la muestra atrasará o superará la del material de referencia.

Los sensores de temperatura integrados en las dos sustancias están conectados de una manera que cualquier temperatura diferencial generada durante el ciclo térmico se registran gráficamente como una serie de picos en un gráfico.

Las reacciones que ocurren con absorbimiento de calor (por ejemplo: de absorbimiento, pérdida de agua de cristalización, pérdida de hidroxilos de cristalización, la descomposición de los carbonatos y sulfatos, fusión) se llaman endotérmicas y se caracterizan por picos negativos en la curva.

Las reacciones acompañadas por desarrollo de calor (como oxidaciones y recristalizaciones) se llaman exotérmicas y son caracterizadas por picos positivos.

El tipo de resultado que se consigue generalmente por un singular cambio de estado es representado de la siguiente manera.

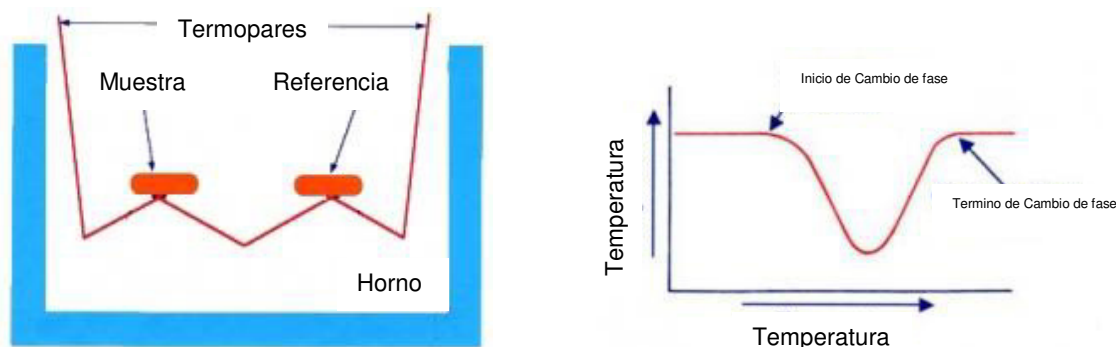


Figura 3.2 a) Diagrama físico de un aparato DTA (Análisis Térmico Diferencial), b) Grafica que ejemplifica un comportamiento correspondiente a un Análisis Térmico Diferencial.

Mediante este programa de temperatura, el calentamiento es de forma lineal con el tiempo y se controla la diferencia de temperatura (ΔT) entre la muestra (T_s) y la de referencia (T_r), de manera que se puede llegar a una relación de ambas temperaturas donde la podemos expresar como $\Delta T = T_s - T_r$ y se representa frente a la temperatura para dar un termo grama diferencial.

Para el Análisis Térmico diferencial (DTA), una sección de la aleación ATI 425 fue maquinada en forma de cilindro teniendo las siguientes dimensiones: 4 mm de diámetro por 50 mm de longitud. Del cilindro obtenido se sacaron pequeñas muestras de aproximadamente 3 mm de longitud.

El equipo que se utilizó para este ensayo fue un DTA marca Linseis modelo STA PT 1600.



Figura 3.3.- DTA Marca Linseis modelo STA PT 1600.

3.5 Difracción de Rayos X

La Difracción de Rayos X es una técnica no destructiva, que nos proporciona la estructura cristalina de un material. Cuando un haz monocromático, de una longitud de onda, del mismo orden de magnitud que el espaciado atómico del material interacciona con este. Los rayos X se dispersan en todas las direcciones; donde la mayor parte de la radiación dispersa por un átomo anula la dispersada por otros átomos; no obstante los rayos X que golpean ciertos planos cristalográficos a ángulos específicos se ven reforzados en vez de eliminados, se produce difracción.

La condición para que el haz de electrones se vea reforzado o para que exista una difracción, se debe de satisfacer la ley de Bragg.

$$\text{Sen } \theta = \lambda / 2d_{hkl}$$

Ecuación 3.1. Ley de Bragg

Donde el ángulo θ es la mitad del ángulo difractado y la dirección original del haz, λ es la longitud de onda de los rayos X y d_{hkl} es la distancia interplanar entre los planos que causan el refuerzo constructivo del haz. Dentro el equipo se encuentra un detector móvil de rayos X, que registra los ángulos 2θ en los cuales se difracta el haz, produciendo un patrón característico de difracción; conociendo la longitud de onda de los rayos X, se puede determinar la distancia interplanar y por consiguiente la identidad de los planos que causan la difracción.

El esquema de interacción del haz de electrones con la muestra se puede observar en donde se tiene un haz incidente y un haz difractado. El Difracto metro consta de una fuente de rayos X que puede ser de Cobre, Molibdeno, Plata, entre otros elementos; y una cámara detectora de rayos X que mide la intensidad de los rayos difractados respecto al ángulo de incidencia, lo cual da un patrón de difracción o también llamado difracto grama. Analizando este patrón se puede obtener los parámetros de red, los índices de los planos e difracción y fases presentes en el material.

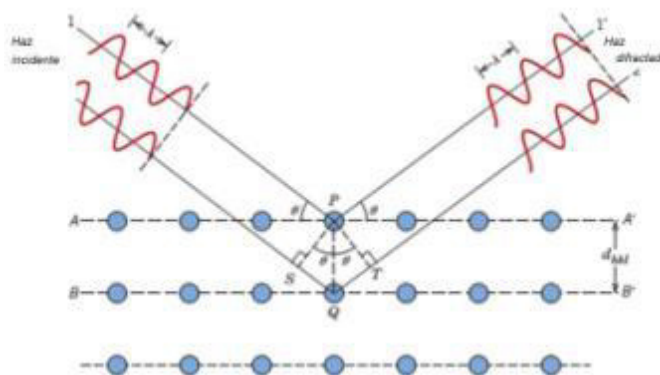


Figura 3.4.- Esquema de difracción de rayos X en el planos de átomos (A-A' y B-B'), donde se tiene el haz incidente y el haz difractad, y la condición de difracción, esto satisfaciendo la condición de la ley de Bragg.

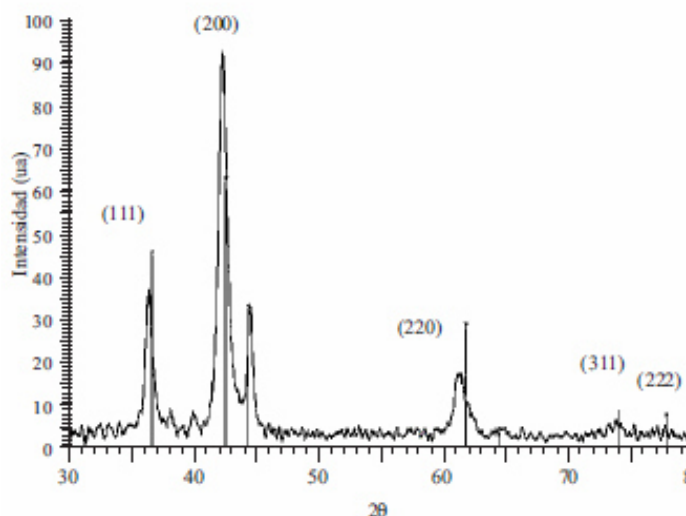


Figura. 3.5 Ejemplo de un difractograma aplicado.

Se utilizó esta técnica para obtener la información de las estructuras cristalinas para cada condición, la cuales son las condiciones a las que se recibió el material, la condición de solubilizado y bajo cada condición termo-mecánica. La preparación de muestras es similar al apartado para en análisis metalográfico, donde se siguió un método de desbaste mecánico con el uso de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC) con la secuencia que se siguió fue #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400, #4000, del mismo modo se alternó el ángulo de desbaste rotando la muestra entre cada lija por 90°, para darle un acabado más fino se utilizó un paño tipo MD-Mol con suspensión de diamante de 3 μm . El ensayo de difracción de rayos X se realizó en un difractómetro marca Bruker modelo D8 Advance, la fuente

de generación de rayos X en este modelo es por medio de Cu K_α que tiene una $\lambda \approx 1.5406$ con un ángulo de 20° a 100° , el paso entre cada ángulo fue de 0.1 y el tiempo de 5 segundos, el voltaje de excitación fue de 40kV y el de corriente fue de 30mA; el equipo se ubica en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León.



Figura 3.6.- Difractometro marca Bruker modelo D8 Advance.

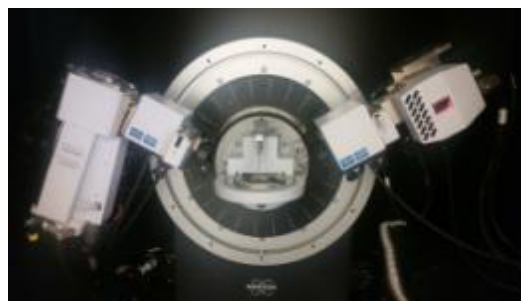


Figura 3.7.-Cámara de Difracción, del lado izquierdo se encuentra donde se generan los Rayos X, en el centro la muestra, y del lado izquierdo la cámara detectora de los Rayos X.

3.6 Fluorescencia de Rayos X

Tiene esta técnica un parecido con la de difracción de rayos x pero esta solo tiene como alcance el de darte superficialmente los componentes químicos del material es decir los elementos que conforman la aleación, así como sus cantidades o proporciones.

Su fundamento de uso es un haz bien colimado emitido por un tubo de rayos-X, se apunta con incidencia de roce en un plano óptico que sirve como portador para las muestras, las que son colocadas sobre la superficie en forma de una delgada película.

En donde los electrones se encuentran en el átomo distribuidos en los distintos niveles y subniveles de energía. Los electrones se sitúan en estos niveles ocupando primero aquéllos de menor energía hasta colocarse todos; a este estado de mínima energía del átomo se le denomina estado fundamental.

Si ahora bombardeamos estos átomos con un haz de electrones o con fotones de rayos X, una pequeña parte de la energía se invierte en la producción del espectro característico de rayos X de los elementos que componen la muestra bombardeada. El proceso de producción de este espectro característico puede esquematizarse del modo siguiente:

Excitación: el choque de un electrón o fotón X incidente con un electrón de las capas internas del átomo, produce la expulsión de dicho electrón quedando el átomo en estado de excitado.

Emisión: este átomo en estado excitado tiende a volver inmediatamente a su estado fundamental, para lo cual se producen saltos de electrones de niveles más externos para cubrir el hueco producido. En este proceso hay un desprendimiento de energía, igual a la diferencia de energía de los niveles entre los que se produce el salto electrónico, en forma de radiación electromagnética correspondiente a la región de rayos X.

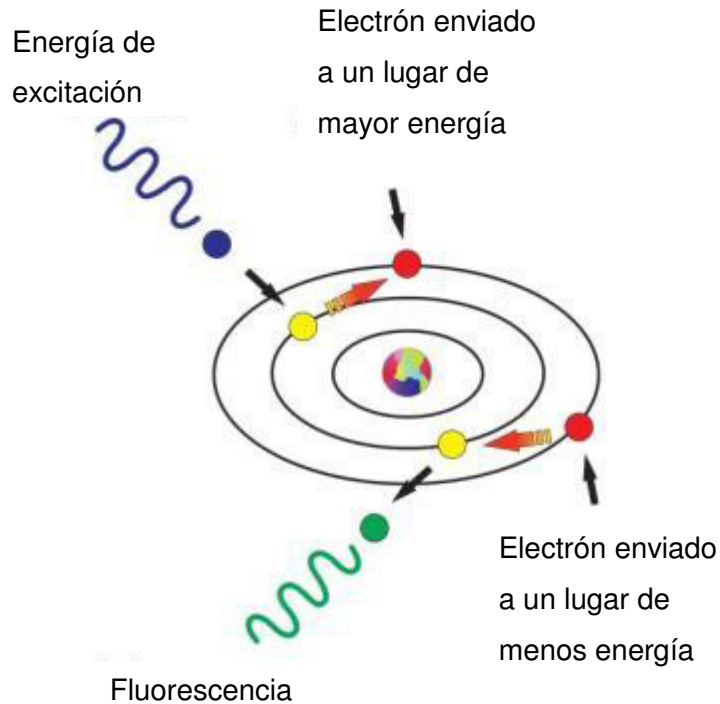


Figura 3.8.- Diagrama del ejercicio de fluorescencia de rayos X

Al proceso de excitación con otra radiación X se le denomina excitación secundaria, y la radiación X producida por excitación de otra radiación X se denomina radiación X secundaria o radiación de fluorescencia. Es la radiación X secundaria característica la que se utiliza para el análisis químico en los espectrómetros de fluorescencia de rayos X.

Cuando la energía de los electrones que inciden sobre un átomo es igual con mayor que la energía del nivel K, puede producirse la expulsión de un electrón de dicha capa K, las transiciones desde niveles superiores dan lugar a una serie de radiaciones características de longitudes de ondas similares que constituyen la serie K. Es la serie de mayor energía (menor longitud de onda).

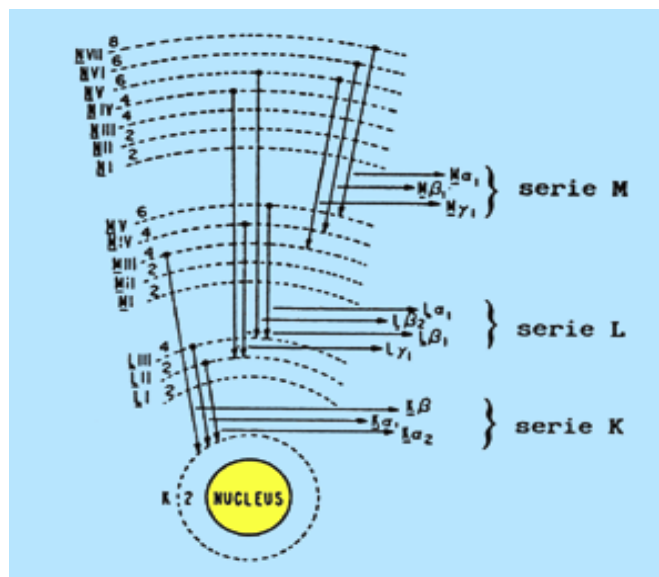


Figura.3.9 Muestra el alcance de cada elemento al ser incido una radiación del tipo X.

En la siguientes figura (3.10) se muestra el esquema de un espectrómetro de fluorescencia de rayos X clásico o espectrómetro de rayos X de dispersión de longitudes de onda, llamando así porque el espectro de fluorescencia poli cromático emitido por la muestra al ser excitada por un haz de radiación producido por un tubo de rayos X, es descompuesto en sus componentes monocromáticas en función de sus longitudes de onda, al difractarse en un mono cristal de espaciado conocido. El haz difractado para cada posición angular del mono cristal incide sobre un detector, generalmente un detector de gas proporcional de flujo o de centelleo, que convierte los fotones en impulsos eléctricos.

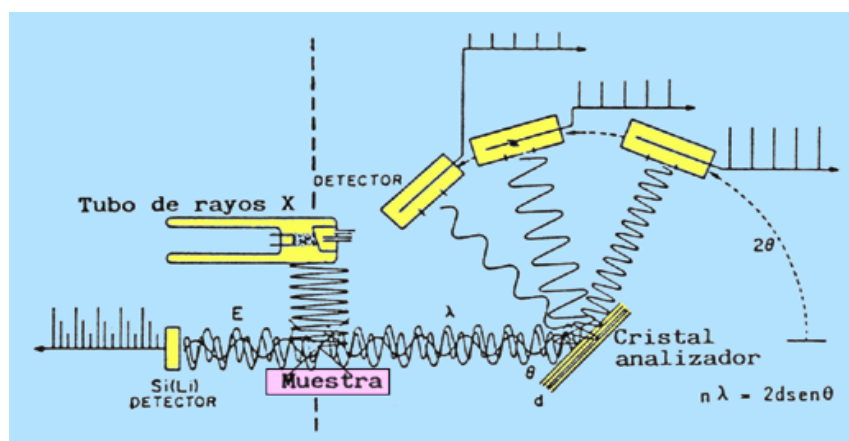


Figura.3.10 Muestra el alcance de cada elemento al ser incido una radiación del tipo X.

Esta técnica de identificación de elementos y porcentajes también se basa en la Ley de Bragg midiendo el valor del ángulo θ al que se difracta cada una de las radiaciones que constituyen el espectro emitido por la muestra, como el espaciado d del cristal analizador es conocido, se puede calcular λ de cada una.



Figura 3.11. Equipo de Fluorescencia de Rayos X. Marca

3.7 Análisis Termo Mecánico (Compresión en Caliente).

Lo que se pretende obtener con este análisis es el de simular el proceso de forja en caliente ya que el producto final para este material es generar, anillos para turbinas. El proceso inicial para este análisis realizando un maquinado por medio de un maquina torno universal, se desbasta el material a manera de crear probetas adecuadas para simular lo más parecido a la realidad en forja en caliente y seguido de la norma.

Las medidas de las probetas fueron de 10mm de diámetro y 15mm de altura. Especificas según la ASTM por sus siglas en ingles Sociedad Americana de Materiales y Técnicas.

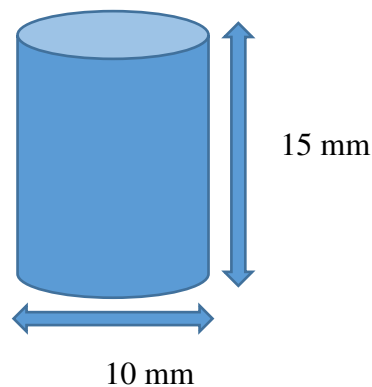


Figura. 3.12. Ejemplificación grafica de la figura de la probeta.

El principio de forja se genera de la siguiente forma:

El proceso de forjado en caliente, involucra la aplicación de calor y deformación para dar una forma deseada y generarle propiedades mecánicas deseadas. Durante el proceso de trabajo de los materiales, hay diferentes tipos de procesos termo-mecánicos de calentamiento y deformación. Debido a eso las temperaturas, porcentajes de la química del material, velocidad de deformación, la presión que

será ejercida, así como el tiempo son dependientes de cada material a trabajar. Estas condiciones pueden llegar a tener un efecto importante sobre las propiedades finales.

La predicción y control la micro estructura durante estos procesos termo-mecánicos de los materiales metálicos en general, juega un papel importante ya que con respecto a la optimización de las propiedades de los servicios subsecuentes que tiene el producto final. Estableciendo que los procesos como la recuperación dinámica, la recrystalización dinámica continua y discontinua, la recrystalización metadinámica, la recuperación y la recrystalización estática, y el crecimiento del tamaño de grano pueden llegar a afectar cada uno, la microestructura final que se produce durante el proceso termo-mecánico.

La recuperación dinámica, es difícil para los materiales con baja energía de falla de apilamiento, como por ejemplo el hierro en su fase austenítica, el cobre y el níquel. Por lo tanto una gran reserva de energía almacenada (por ejemplo: las dislocaciones) puede ser acumulada durante el trabajo en caliente y proporcionar la fuerza motriz para la recrystalización dinámica discontinua y la recuperación.

Uno de los objetivos que tiene la forja es darle la forma al cilindro de metal en una forma similar que el producto final tendrá, por ejemplo la de un anillo. La principal preocupación en esta etapa es no promover el crecimiento de un tamaño de grano excesivo. Aun sin importar el método usado, la forja es parte de un proceso termo-mecánico total, es decir, la forma no es el único factor den este proceso.

Se puede decir que uno de los objetivos principales de un ciclo de forja, son el refinar uniformemente el tamaño de grano, controlar la morfología de fases secundarias, el flujo de grano.

La producción del disco a menudo tiene un proceso que se puede dividir en tres etapas, por lo general estas comprenden:

- a) Prensa por medio de forja con un dado abierto, esto nos ayuda a producir un lingote con simetría axial con un espesor reducido y una mayor área de sección transversal.
- b) Bloqueo por medio de forja con un dado cerrado, esto para colocar secciones gruesas o finas, en los lugares más apropiados.
- c) Acabado, de igual manera por medio de forja con dado cerrado, para producir la forma del disco que se desea.

En estas tres etapas, las operaciones son realizadas cerca a la temperatura de solubilizado, esto nos ayuda a garantizar en caso de que el material recristalice, el resultado sea de tener una estructura de grano más fina.

Sin embargo, el proceso de producción de discos o anillos no termina en la prensa, esto es solo el inicio, con el fin de dar una preforma al material y así poder continuar con la producción de estos. Después se requiere de un proceso de punzado, para darle a esta preforma un aspecto de dona y poder continuar con el proceso de conformado. En la figura 3.13 se describe el proceso de elaboración de la preforma.

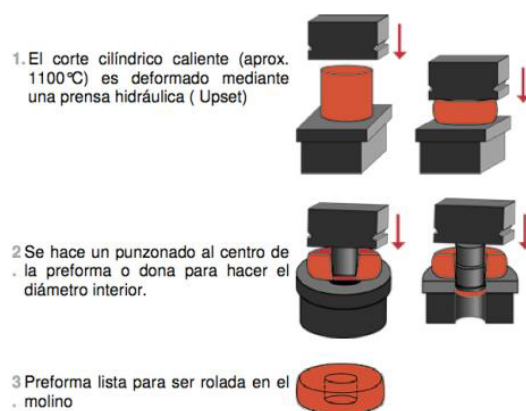


Figura 3.13.-Proceso de la elaboración de la preforma, con forma de dona.

El rolado es un proceso de conformado, para manufacturar forjas anulares tales como los discos o anillos con dimensiones precisas, donde el flujo de grano es circunferencial. El rolado de anillos requiere menos material de entrada, a diferencia de otros métodos de forja alternativos, donde se puede producir en cualquier cantidad.

El rolado de anillos en caliente, es un proceso avanzado que es usado normalmente para fabricar partes que tienen una geometría compleja, anillos de grandes dimensiones y de discos que pasarán a procesos posteriores.

Este proceso posee características de deformar el material en tres dimensiones, con una linealidad baja, los anillos producidos no tienen costuras y sus aplicaciones incluyen guías de cojinetes antifricción, anillos de rotación, rodamientos de ruedas de ferrocarril, anillos de rotación y sin rotación, y otras aplicaciones como lo son para la industria aeroespacial, componentes de reactores nucleares por mencionar algunas. La figura 3.14 muestra el proceso de rolado de un anillo o de un disco sin costura.

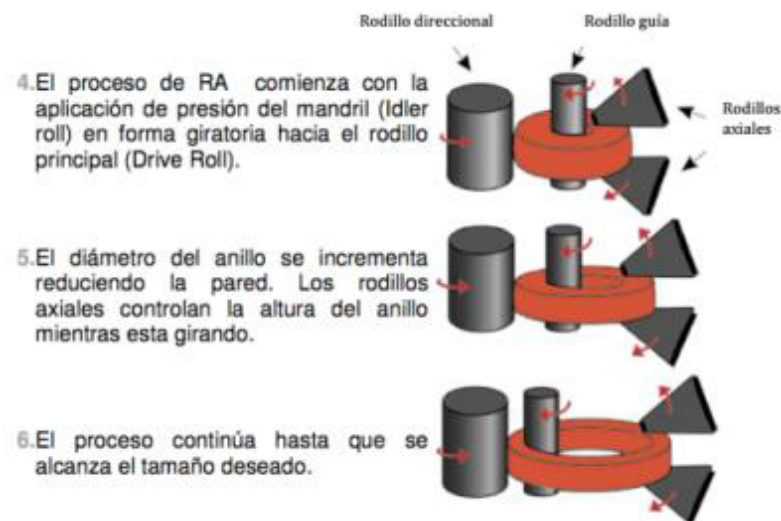


Figura 3.14.-Proceso de rolado de anillo sin costura.

Para la experimentación se utilizó este tipo de simulación con cantidad de material más pequeña la cual se representa en el siguiente diagrama.

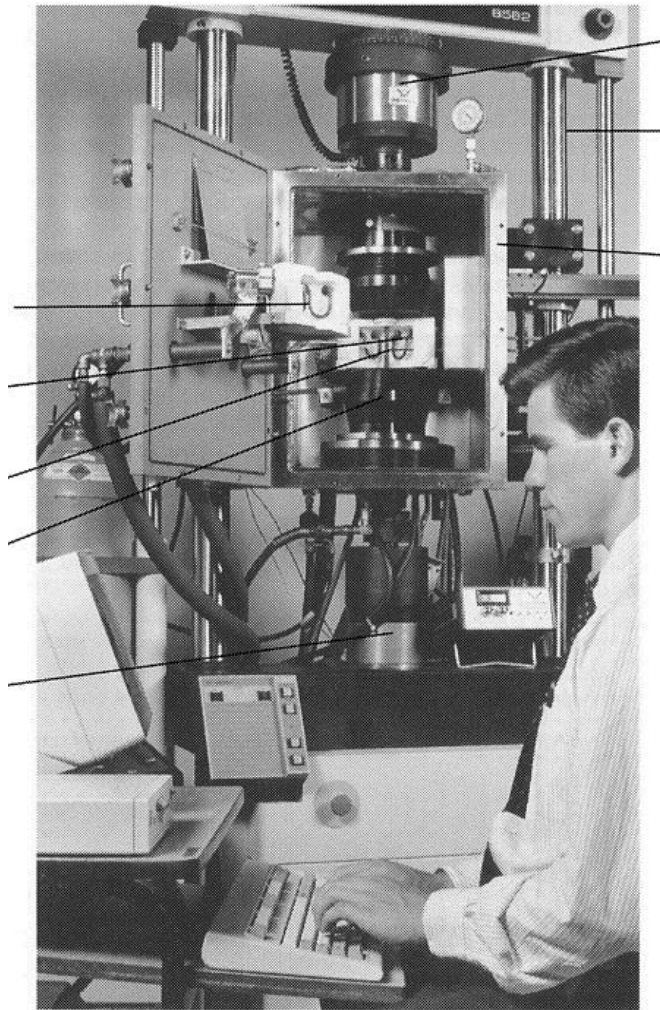


Figura 3.15 Imagen de máquina de compresión en caliente apoyada por un computador. De Izquierda de arriba hacia abajo (Elemento generador de calor, varillas del extensómetro, Muestra, Sujetadores, Solenoide) de Derecha de arriba hacia abajo (Carga, Bastidor de carga, Horno).

A continuación en la tabla 3.2 se presenta el plan de pruebas propuestas según la referencia de anteriores investigaciones, las cuales muestran que las mejores características hasta ahora en el proceso de compresión en caliente.

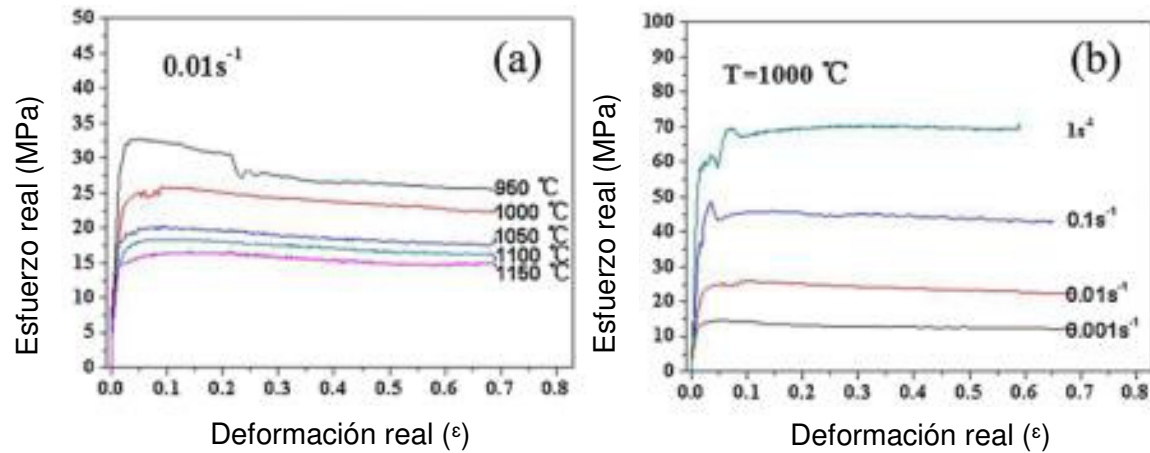


Figura 3.16 Curvas típicas de un análisis de compresión en caliente. A) Una velocidad a diferentes temperaturas B) Una temperatura a diferentes velocidades. Mod.

Para este trabajo se realizaron series de ensayos de compresión en caliente, los cuales fueron efectuados en una máquina universal mecánica de tornillo marca SHIMADZU AG-X con una capacidad de 30 toneladas, equipada con un horno de resistencia y un equipo con software analizador de datos TRAPEZIUM, mostrados en la figura 3.18.



Figura 3.18.-Maquina Universal Shimadzu AG-X.



Figura 3.18.-Software Analizador Trapezium.

Temperatura °C	Velocidad de Deformación Segundos	% Deformacion
905	0.1	80
	0.01	80
955	0.1	80
	0.01	80

Tabla 3.2 Tabla de plan de pruebas para esta investigación.

3.8 Tratamiento Térmico.

Para el tratamiento de Solubilizado se utilizó un horno tipo mufla marca Thermo Scientific, donde se llevó la aleación ATI 425® a una temperatura de 700 y 984°C durante 1 hora con enfriamientos al aire y agua. El horno que se utilizó se muestra en la figura 3.19.

Las muestras se ingresaron en el horno desde su inicio de calentamiento para así poder tener un mejor tratamiento de homogenizado y por protección del equipo, una vez que el horno alcanzo la temperatura final, posterior a esto se enfriaron rápidamente en agua y en aire.



Figura 3.19 - Horno Tipo Mufla marcaThermo Scientific



Figura 3.20 Equipo PicoLogRecorder TC-08

3.9 Preparación Metalográfica.

Como requisito para correr un buen estudio de Análisis Térmico Diferencial, Tratamiento térmico, Difracción de Rayos X, Fluorescencia de Rayos X, Micro dureza y Observación por medio de Microscopio óptico y Microscopio Electrónico de Barrido se prepararon a un acabado tipo espejo o pulido y atacado químico, en las caras de las muestras o en su necesidad las muestras completas.

Inicialmente después de seccionar mecánicamente el material, se preparan dependiendo el análisis a usarse, por ejemplo el de DTA no se requirió montar la pieza en resina termoestable, ya que el estudio requiere de una superficie únicamente del material.

En cambio para la preparación de la observación por medio de microscopio se monta en la resina para darle nivelación a la pieza, esta alineación permite una mejor apreciación de la muestra. A continuación se hace referencia al procedimiento detallado:

- Las muestras fueron montadas en baquelita, esto se llevó a cabo utilizando un equipo Struers Modelo LaboPress-1, donde se calentó la resina a 180°C, manteniendo una presión durante 4 minutos de 30 KN; tras pasar este tiempo se tuvo un enfriamiento de 4 minutos.
- Una vez que las muestras fueron montadas, se prosiguió con un desbaste mecánico y pulido de las mismas. Dichas muestras fueron tratadas en una pulidora modelo LaboPol-1, mediante el uso de varios grados de papel abrasivo de Carburo de Silicio (SiC), donde se siguió la secuencia de desde #80, #120, #280, #320, #500, #800, #1200, #2400 para el desbaste de las mismas, donde se alternó girando la pieza alrededor de 90° respecto a la posición inicial de pulida anterior, entre cada lija, hasta llegar a un acabado espejo. Para la etapa final de pulido

se usó un paño tipo MD-Mol de la marca Struers con una suspensión de diamante de $1\mu\text{m}$, hasta un acabado tipo espejo.

- Una vez pulida la pieza de esta aleación de titanio y habiendo obtenido un acabado espejo. La pieza fue atacada químicamente mediante el uso del reactivo siguiente:

El reactivo tiene la siguiente composición química:

- 100 ml de Agua Destilada (HCl)
- 6 ml de Ácido Nítrico (HNO_3)
- 3 ml de Ácido Fluorhídrico (HF).

3.10 Caracterización por Microscopia Óptica.

Para la caracterización óptica se usó un microscopio óptico Olympus el cual requirió de una muestra acabado tipo espejo montado sobre baquelita y atacado con el reactivo correspondiente.



Figura 3.20.- Microscopio óptico Olympus modelo SC30.

Se obtuvo el tamaño de grano de acuerdo al estándar ASTM E-112, por medio del método estándar de comparación de imágenes de mapas graduados. En la figura 3.20 se muestra las imágenes de los mapas graduados empleados en la obtención del tamaño de grano.

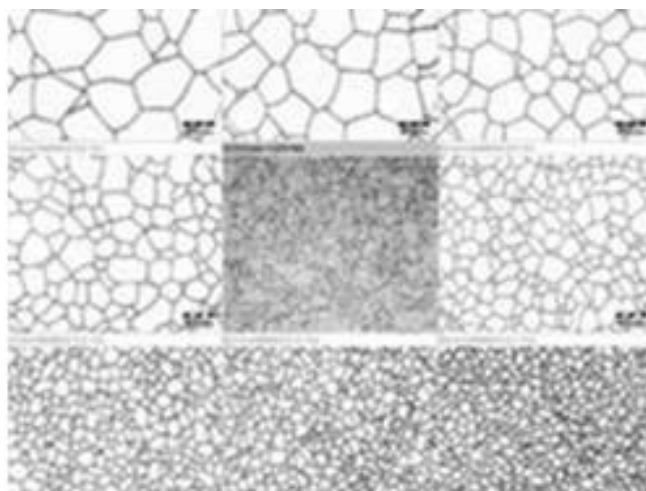
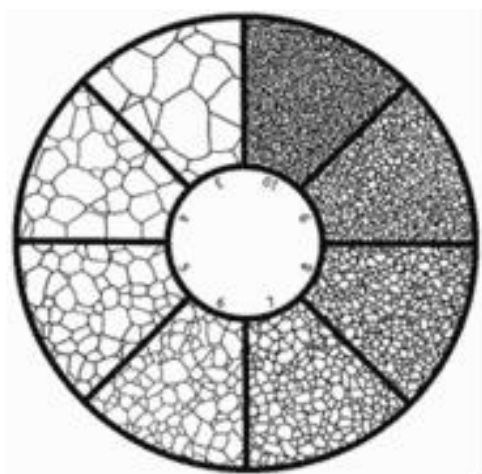


Figura 3.20.- Mapa graduado para la obtención del tamaño de grano.

En la tabla 3.3 se muestra los valores de conversión para los promedios de tamaño de grano ASTM a micrómetros.

Correspondiente a esta tabla se genera el análisis de transformación de las fases al hacer pasar el material por los diversos tratamientos termo-mecánicos.

Otorgando información definida para toma de decisiones, estandarizar procesos de producción, diseños y aplicaciones.

Relación de tamaños de grano ASTM E-112	
Promedio diámetro D	
Tamaño de grano g	μm
00	508
0	359.2
0.5	302.1
1	254
1.5	213.6
2	179.6
2.5	150
3	127
3.5	106.8
4	89.8
4.5	75.5
5	635
5.5	534
6	449
6.5	37.8
7	31.8
7.5	26.7
8	22.5
8.5	19.8
9	15.9
9.5	13.3
10	11.2
10.5	9.4
11	7.9
11.5	6.7
12	5.6
12.5	4.7
13	4
13.5	3.3
14	2.8

Tabla 3.3.- Relación de promedios de tamaño de grano ASTM en Diámetros [43].

3.11 Caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido.

Con este análisis de microscopia electrónica de barrido se obtienen mejores imágenes para su preciso análisis de tamaño de grano y ver su evolución en las transformaciones de sus fases antes, después de la compresión en caliente y del solubilizado.

Al igual que en el microscopio óptico se prepara la muestra montada en resina termoestable, con un acabado tipo espejo y atacada con su reactivo correspondiente.

Se introduce un poco en el tema del funcionamiento de este análisis:

En el microscopio electrónico de barrido se hace incidir un delgado haz de electrones acelerados, con energías desde unos cientos de **eV** hasta unas decenas de keV (50 KeV), sobre una muestra gruesa, opaca a los electrones. Este haz se focaliza sobre la superficie de la muestra de forma que realiza un barrido de la misma siguiendo una trayectoria de líneas paralelas.

En microscopía electrónica se trabaja siempre en el vacío. Esto se debe a que como se opera con electrones que viajan con una trayectoria prefijada desde la fuente hasta su destino es imprescindible que esta trayectoria no sea desviada por la presencia de átomos o moléculas que no sean las de la muestra a analizar. Por ello la columna debe estar lo más libre posible de moléculas de gas, esto se consigue con potentes bombas de vacío. Las presiones a las que se trabaja oscilan entre los 10^{-7} y los 10^{-10} bares, es decir, se reduce la presión por debajo de una millonésima parte de la presión atmosférica.

La interacción de los electrones incidentes con la muestra produce una serie de radiaciones secundarias: electrones secundarios, electrones retro dispersados, electrones transmitidos, radiación X, electrones Auger, cátodo luminiscencia y

energía absorbida (por la muestra). La utilización de una u otra nos permite obtener distintas informaciones sobre la muestra.

Existen dos tipos de análisis realmente fundamentales en el microscopio de barrido: los *electrones secundarios* y los *electrones retro dispersados*. Los primeros son electrones de baja energía (decenas de eV) que resultan de la emisión por parte de los átomos constituyentes de la muestra (los más cercanos a la superficie) debido a la colisión con el haz incidente. Los electrones retro dispersados sin embargo, son electrones del haz incidente que han interactuado (colisionado) con los átomos de la muestra y han sido reflejados. La intensidad de ambas emisiones varía en función del ángulo que forma el haz incidente con la superficie del material, es decir depende de la topografía de la muestra.

La señal emitida por los electrones y radiación resultantes del impacto se recoge mediante un detector y se amplifica para cada posición de la sonda. Las variaciones en la intensidad de la señal que se producen conforme la sonda barre la superficie de la muestra, se utilizan para variar la intensidad de la señal en un tubo de rayos catódicos que se desplaza en sincronía con la sonda. De esta forma existe una relación directa entre la posición del haz de electrones y la fluorescencia producida en el tubo de rayos catódicos. El resultado es una imagen topográfica muy ampliada de la muestra.

El aumento de la imagen producido por el microscopio de barrido resulta de la relación entre las dimensiones de la imagen final y el área de la muestra que ha sido barrida. Así, por ejemplo, si la sonda barre un área de 1 mm² de la muestra y la imagen en la pantalla es de 100 mm², ésta ha sido ampliada 100 veces. Este microscopio tiene un rango de aumentos que varía desde ´10 hasta ´200.000 con una distancia focal de 35 mm. El poder de resolución del microscopio es determinado directamente por el área mínima que la sonda es capaz de escanear. El menor diámetro de la sonda con un número mínimo de electrones.

Si la muestra no es buena conductora se acostumbra a recubrirla con una película conductora metálica o de carbono para evitar que ésta se cargue cuando sea irradiada.

En el modo de operación el microscopio dispone de varios sistemas de detección es posible diferenciar entre energías electrónicas, principalmente entre la señal producida por los electrones secundarios y la generada por los electrones retro dispersados.

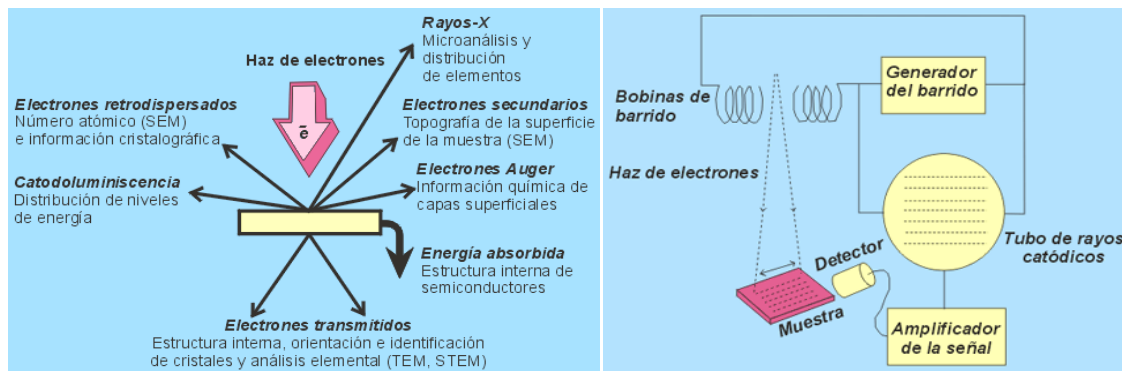


Figura 3.21.- A izquierda el diagrama de clasificación de electrones presentes en SEM a la derecha diagrama de componentes.

Donde las fuentes más comunes pueden ser: láminas de Tungsteno (W), LaB6, emisores Schotkky o puntas de emisión de Tungsteno (W). En un microscopio de barrido electrónico se emplea un escaneo horizontal a través de la muestra en dos direcciones perpendiculares (eje X y eje Y). En el eje X el barrido es relativamente rápido y es generada por un generador de ondas tipo sierra, la cual opera en una frecuencia f_x . Las bobinas (coils) generan un campo magnético en la dirección Y, esto crea una fuerza en el electrón que lo permite viajar en la dirección Z, y esta se refleja en la dirección X.

El barrido del eje Y es más lento, este es generado por un segundo generador de onda tipo sierra, este corre a una frecuencia de $f_y = f_x/n$, donde n es un integrador.

Es importante destacar que la cámara donde se encuentra la muestra, opera bajo condiciones de alto vacío, que puede ser por encima de 1×10^{-4} Pa, el voltaje de aceleración es arriba de los 30 kV, dependiendo de la fuente de generación de electrones el vacío que tiene la cámara es alrededor de los 1×10^{-8} Pa.

El microscopio electrónico de barrido que se usó en este análisis es el microscopio del CIDIIT en el parque PIT Apodaca Nuevo Leon.



Figura 3.23.- Microscopio electrónico de Transmisión FEI-Titán G2 80-300 con resolución de 0.7 Å; dispone de detectores de elementos químicos y puede trabajar en modo STEM (resolución 1.4 Å)..

3.12 Ensayo de Micro dureza (Vickers)

El ensayo de dureza Vickers es un método para medir la dureza de los materiales mediante un indentador de diamante con forma de pirámide, el ángulo comprendido entre las caras opuestas de la pirámide es de 136° .

La dureza Vickers se define como la carga dividida por la superficie de indentación, esta zona se calcula a partir de mediciones microscópicas de las longitudes de las diagonales de la impresión. Esta técnica es considerada como ensayo de micro dureza debido a la magnitud de la carga y al tamaño del indentador, se designa la dureza en unidades denominadas HV o Hardness Vickers.

Para realizar este ensayo se necesita una cuidadosa preparación de la superficie de la muestra, para ello se requiere que las muestras sean montadas y pulidas hasta conseguir un acabado espejo (realizando el procedimiento antes mencionado para la preparación de análisis metalográfico).

La dureza Vickers de la aleación de trabajo fue determinada mediante un micro durómetro marca Shimadzu modelo HMV-2T, en el cual se aplicó una carga de 1.203 N por un tiempo de 11 segundos.

El equipo utilizado para realizar el ensayo cuenta con un dispositivo que realiza mediciones de las diagonales de las huellas del indentador, calculando automáticamente el valor de la dureza. Se realizaron un total de 15 indentaciones por muestra.



Figura 3.24.- Microdurómetro Shimadzu modelo HMV-2T.

Capítulo 4

Resultados

4.1 Introducción

Se muestran los resultados obtenidos, siguiendo la metodología de investigación antes presentada en el capítulo anterior, dichos resultados se fueron ordenando según el proceso de experimentación iniciando con un DTA y terminando con SEM.

4.2 Análisis Térmico Diferencial.

Los resultados para este análisis fueron basados en la literatura que menciona que se deben de correr por arriba de la temperatura de transición de beta hasta llegar a la temperatura de 1200 °C. Se utilizaron dos muestras de diferente peso una de 20 mg y otra de 40 mg. Las cuales se presentan en la figura 4.1.

1. Parámetros de transformación por temperatura de 700°C-830°C: la cual se asocia a la iniciación de formación de fase, la cual pasa de fase α (HC) a fase β (CCC) a partir de esta temperatura se inicia en el material la micro estructura bifásica . Mayormente tiene presencia la fase α pero va tomando también en gran parte posesión la fase β entre mayor temperatura se encuentre sometida la pieza.

2. Parámetros de transformación por temperatura 950°C-1050°C: Se confirma la transición que se puede asociar del inicio de la formación de mayormente fase β por lo que en consecuencia la fase α pierde presencia en la pieza esperando al enfriamiento quedar como fase β o fase α' . La disolución completa del material inicia, por encima de los 1150°C. Completamente a esta temperatura se disuelve el material pasa de un estado sólido a un líquido. Casi en la totalidad de fase se presenta una fase β

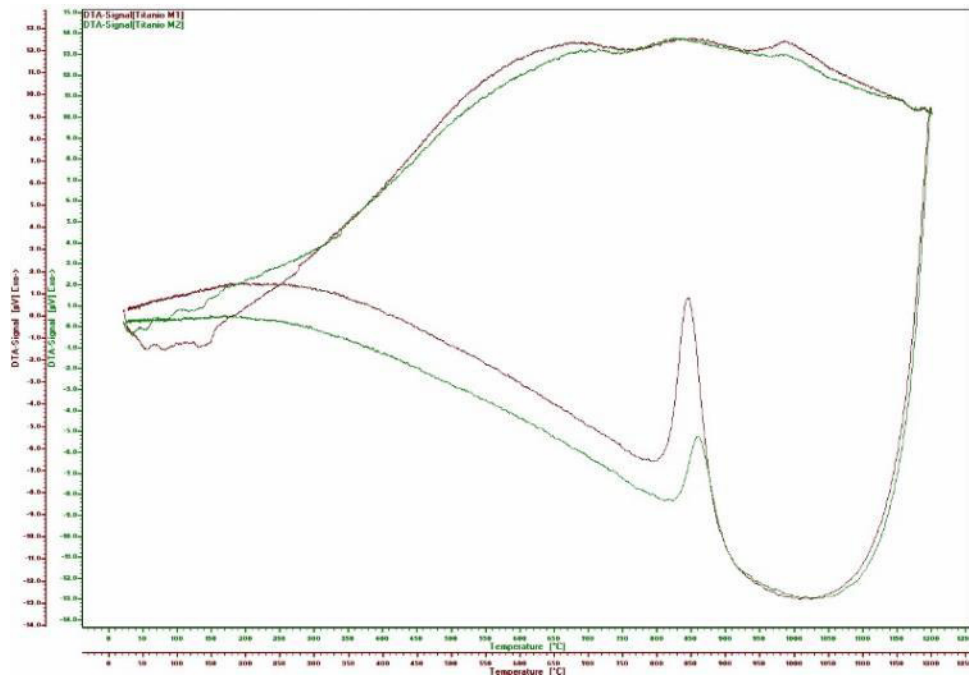


Figura 4.1.- Grafica del termograma obtenido por medio del DTA de la aleación Ti 4Al 2.5V 1.5Fe en la condición a la que se recibió el material. A) Muestra 20mg inferior, B) Muestra 40mg superior

4.3 Difracción de Rayos X.

En el siguiente resultado observamos los difracto metros de algunas muestras utilizadas en el transcurso de la investigación, estas muestras fueron seleccionadas según su análisis por SEM, ubicando las que mostraran mayor cambio en su microestructura.

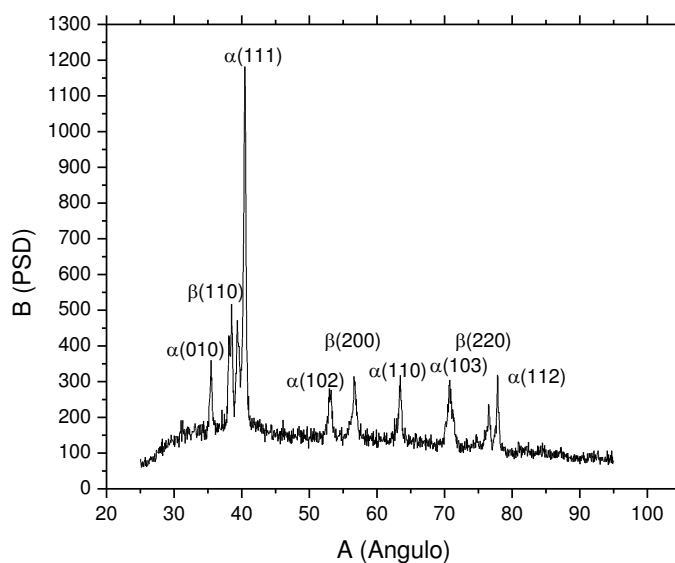


Figura 4.2.- Patrón de difracción a de la aleación Titanio-Aluminio-Vanadio- Hierro (Ti425) sin ningún tratamiento térmico o mecánico.

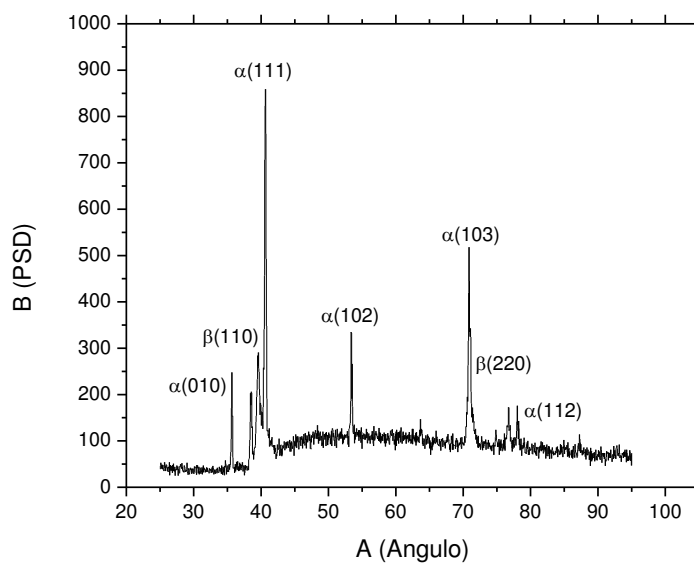


Figura 4.3.- Difracción de Rx de la muestra 905°C con velocidad de deformación de 0.1/seg (984 agua)

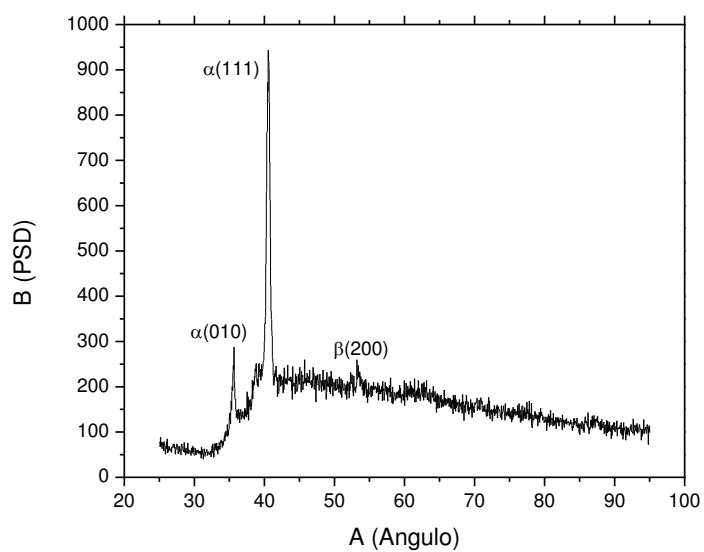


Figura 4.4.- Difracción de Rx de la muestra 955°C con velocidad de deformación de 0.01/seg (984°C agua)

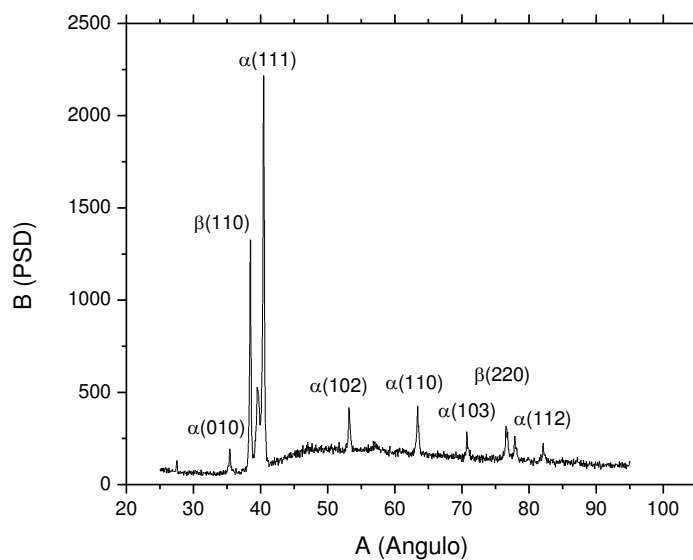


Figura 4.5.- Difracción de Rx de la muestra 955°C con velocidad de deformación de 0.1/seg (984°C agua)

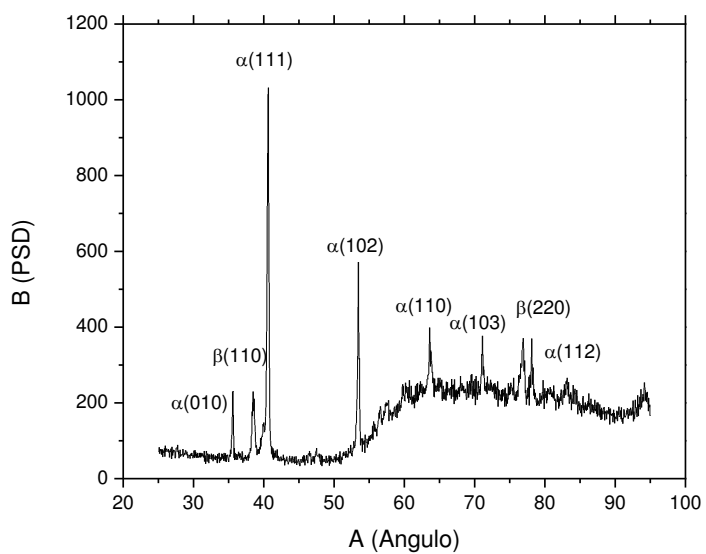


Figura 4.6.- Difracción de Rx de la muestra 955°C con velocidad de deformación de 0.1/seg (984°C° aire)

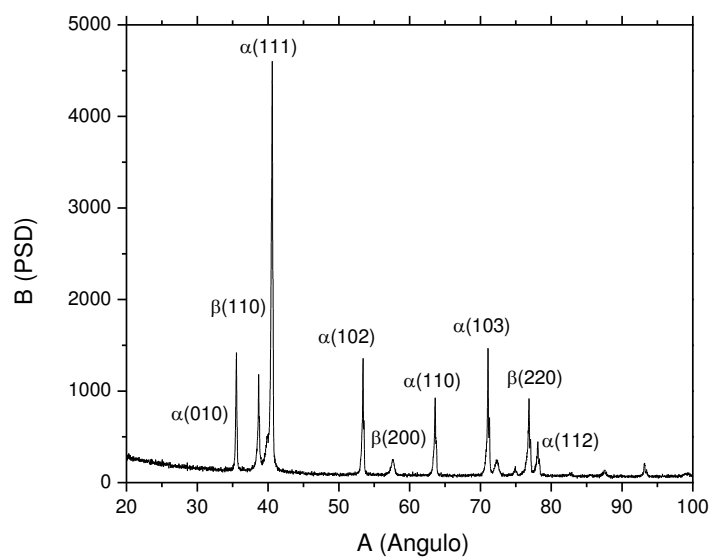


Figura 4.7.- Difracción de Rx de la muestra 955°C con velocidad de deformación de 0.1/seg (700C° aire)

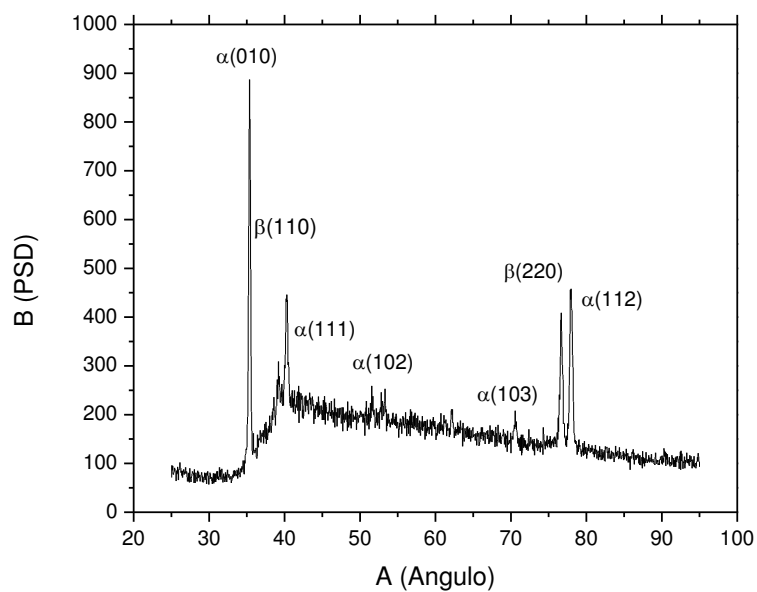


Figura 4.8.- Difracción de Rx de la muestra sin tratamiento termo mecánico solo con tratamiento térmico (984C° aire)

4.4 Fluorescencia de Rayos X.

En el siguiente análisis se generó la siguiente información corroborando con la hoja de especificaciones del fabricante y permaneciendo los parámetros dentro de la norma ASM 6946

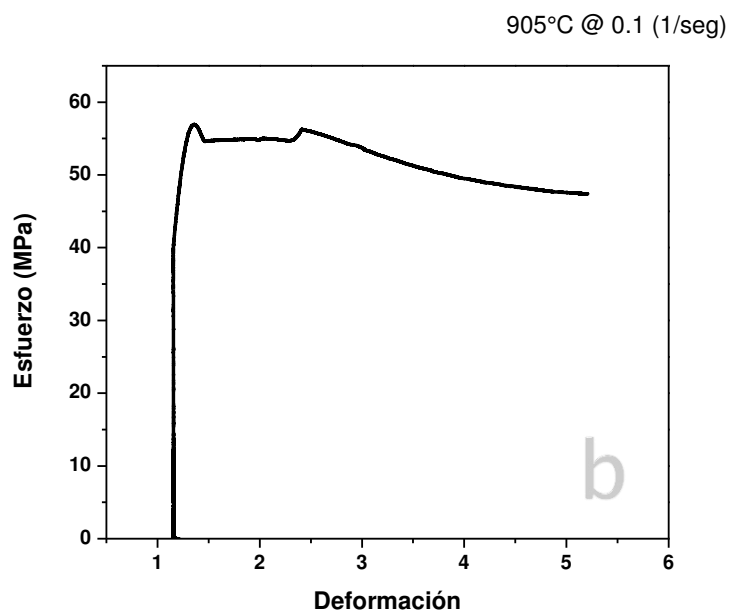
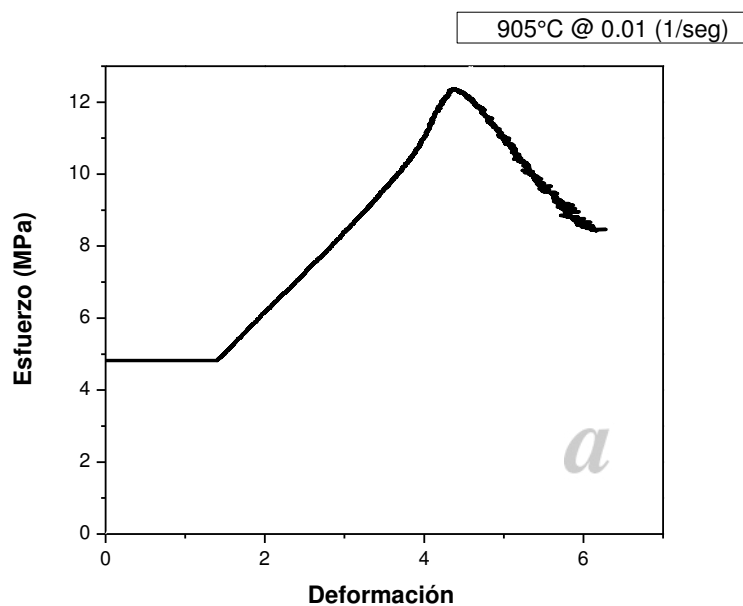
Los datos se obtuvieron de hacer tres pruebas por cara sobre tres caras a dos muestras, generando los datos en un promedio.

Elemento	% Comp.	+/-
Ti	92.12	0.44
Al	3.99	0.13
V	2.56	0.13
Fe	1.32	0.05

Tabla 4.1.- Tabla que muestra los componentes y su porcentaje en la aleación ATI 425 según la técnica de caracterización llamada Fluorescencia de Rayos X.

4.5 Ensayos de Compresión en Caliente.

En siguiente análisis se obtuvo las curvas de esfuerzo deformación según la velocidad de deformación y la temperatura en el sistema. Se observa que entre las muestras que pusieron más resistencia a la deformación fueron las de la izquierda superior derecha e izquierda inferior derecha (figura 4.4).



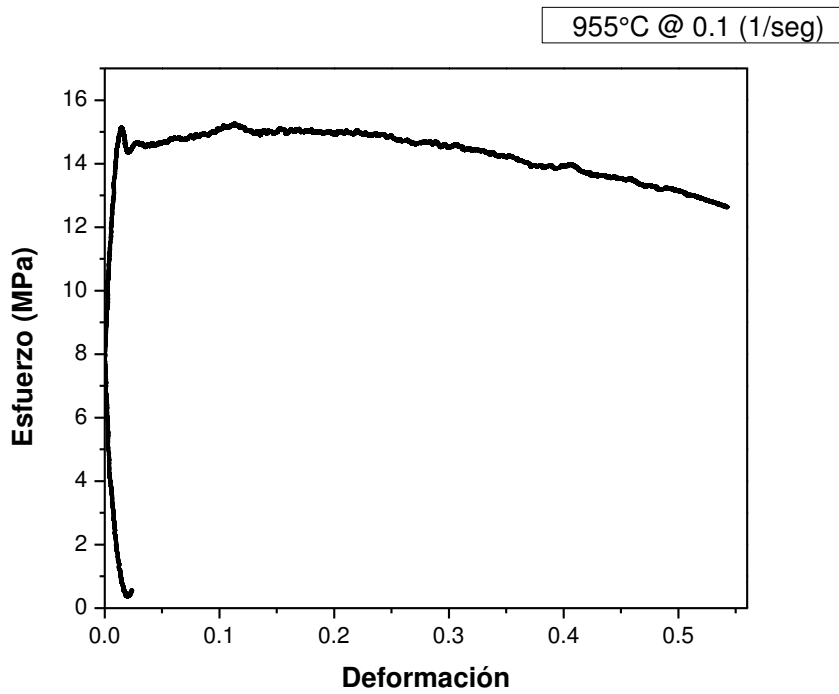
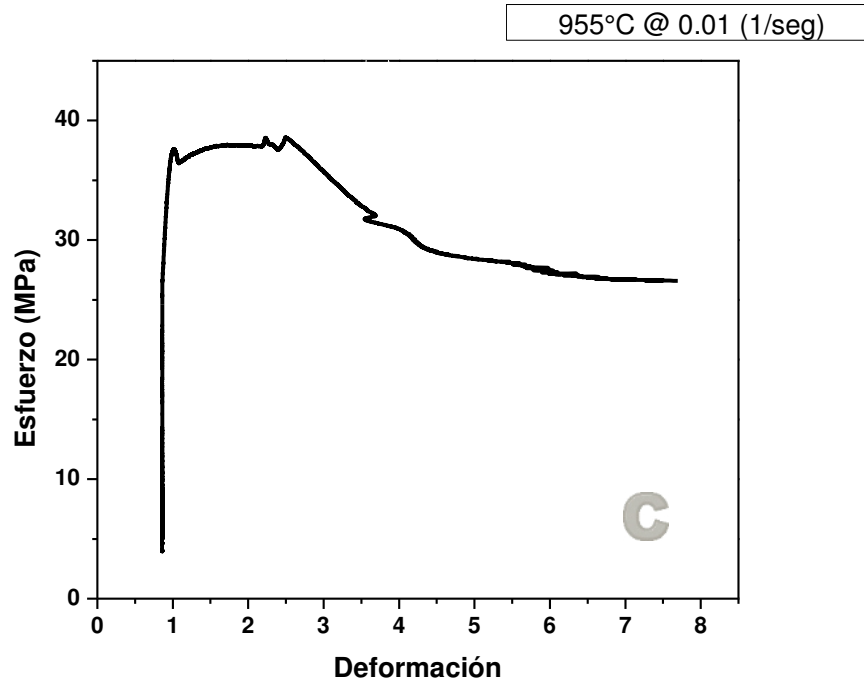


Figura 4.10.- Curvas de Esfuerzo contra Deformación. a) 905°C a 0.01 seg^{-1} , b) 905°C a 0.1 seg^{-1} , c) 955°C a 0.01 seg^{-1} , d) 955°C a 0.1 seg^{-1} .

4.6 Tratamiento Térmico.

El tratamiento térmico que se emplea en estas muestras fue referenciado por estudios anteriores, mencionados en el capítulo dos, referenciando a la aleación Ti 6Al 4V.

Utilizando el horno de resistencias, se llevaron las probetas a temperaturas en los intervalos de alfa + beta con el fin de obtener diferentes microestructuras.

Las condiciones que se manejaron son las siguientes:

- 700 °C con un enfriamiento al aire.
- 984 °C con un enfriamiento al aire
- 984 °C con un enfriamiento al agua.
- 1 hora de tratamiento en equilibrio con las temperaturas mencionadas.

Se obtuvieron las siguientes graficas de proceso y velocidades de enfriamiento.

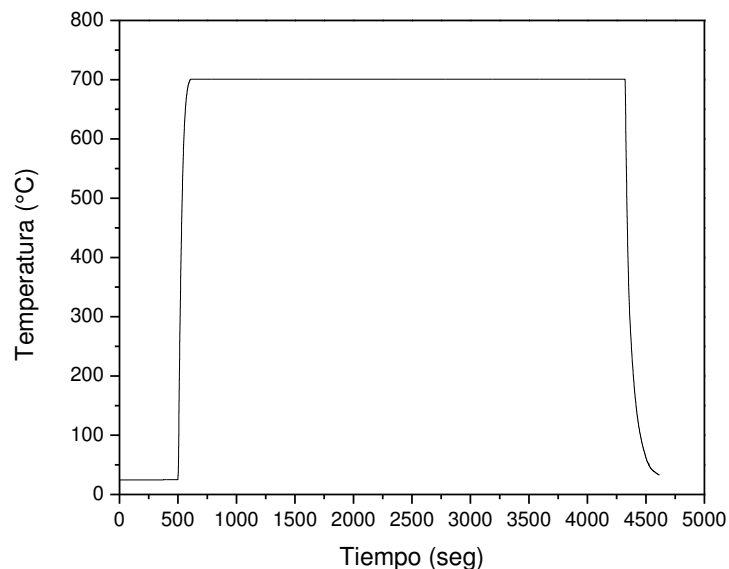


Figura 4.11- Grafico del tratamiento térmico a 700 °C enfriado al aire. Con velocidad de enfriamiento de

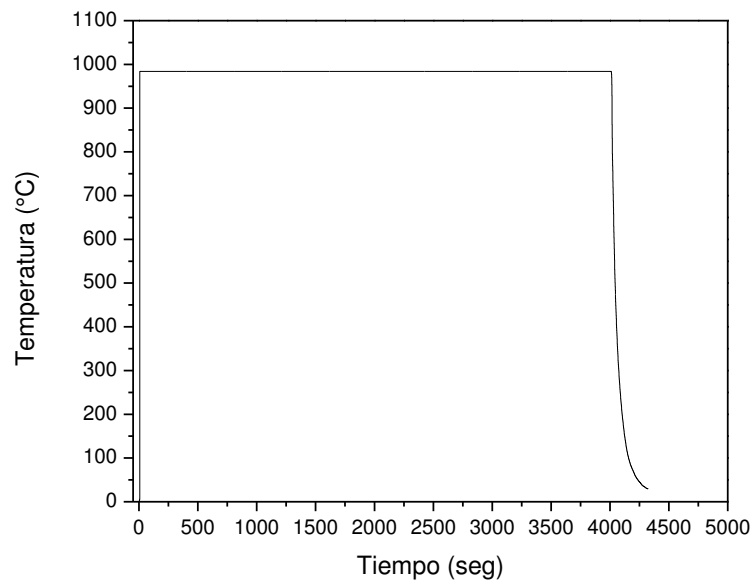


Figura 4.12- Grafico del tratamiento térmico a 984 °C enfriado al aire. Con velocidad de enfriamiento de

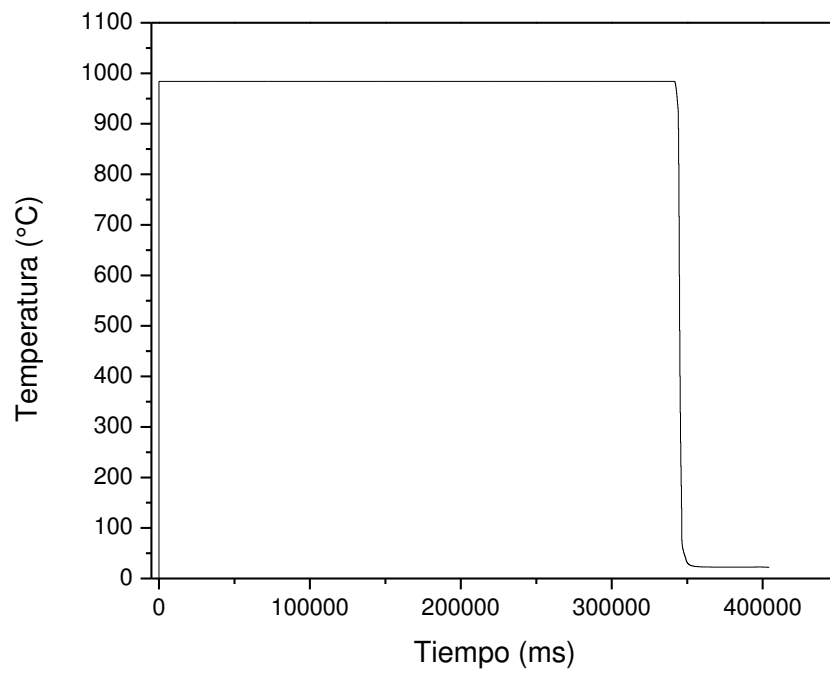


Figura 4.13- Grafico del tratamiento térmico a 984 °C enfriado al aire. Con velocidad de enfriamiento de

4.7 Microscopia óptica.

En este apartado se encontrara las metalografías en microscopio óptico en magnificación de 20x, 50x y 100x.

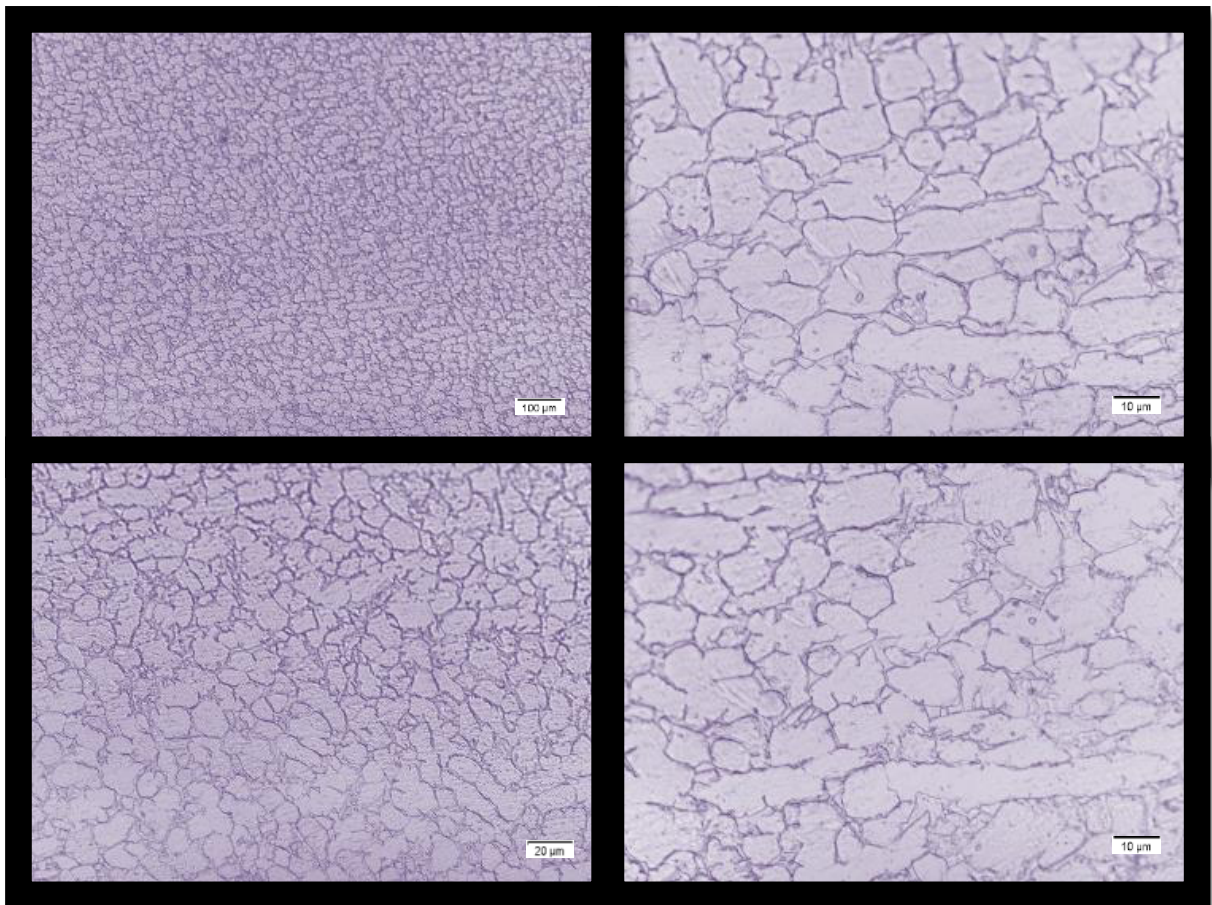


Figura 4.14.- Metalografías de la ATI 425 como se recibió.

4.7.1 Microscopio óptico termo-mecánico

En este apartado se agregan las metalografías de las muestras ya sometidas a un tratamiento termo mecánico.

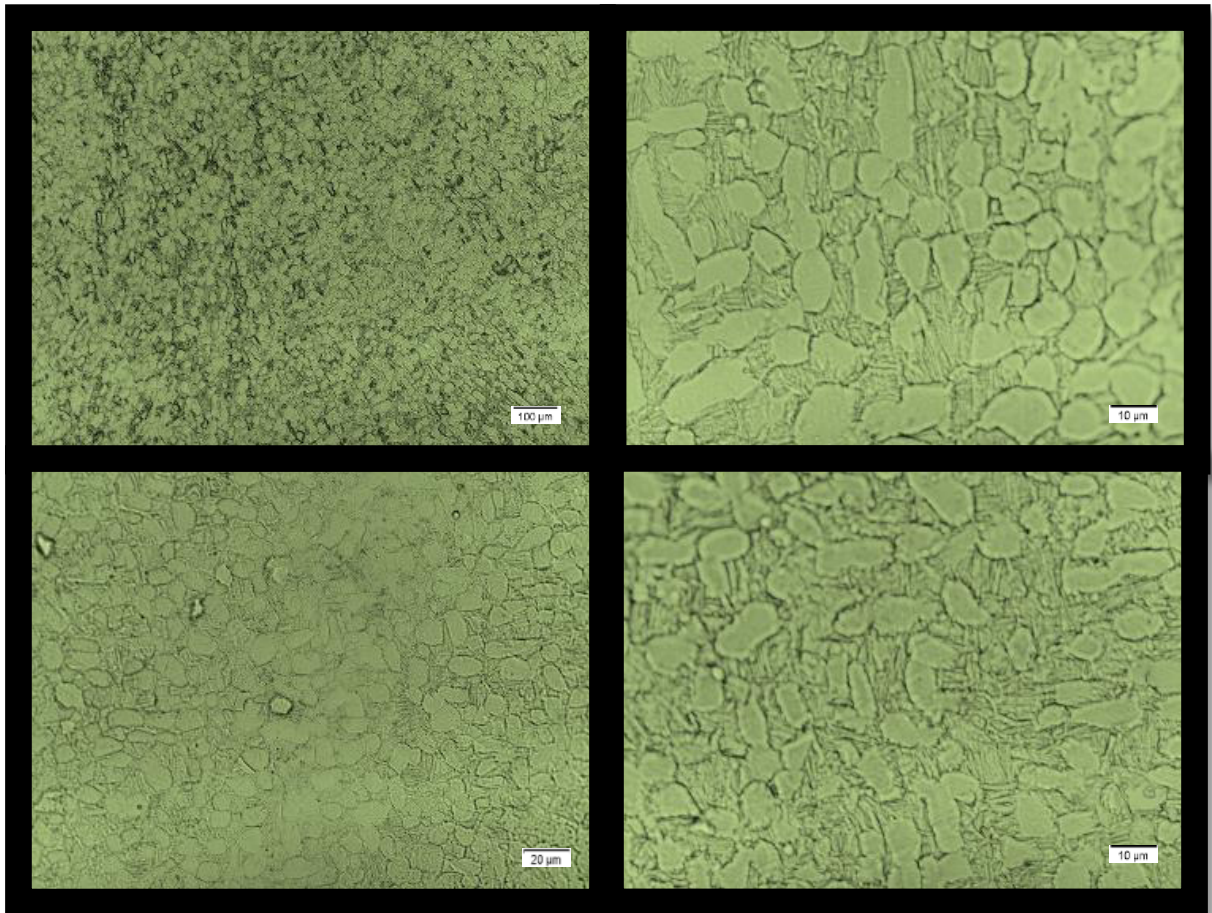


Figura 4.15.- Metalografías de la ATI 425 a 905°C a 0.01 seg⁻¹

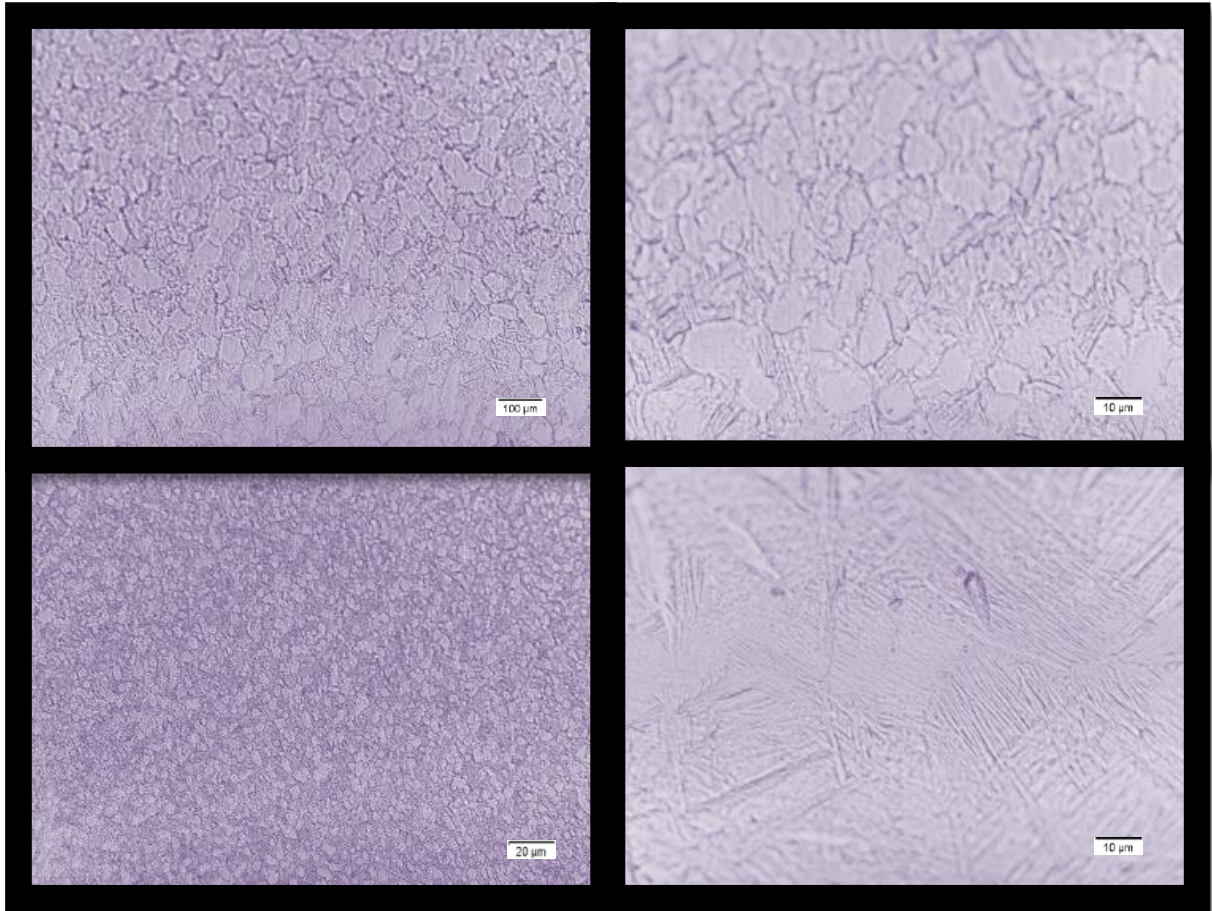


Figura 4.16.- Metalografías de la ATI 425 a 905°C a 0.1 seg⁻¹

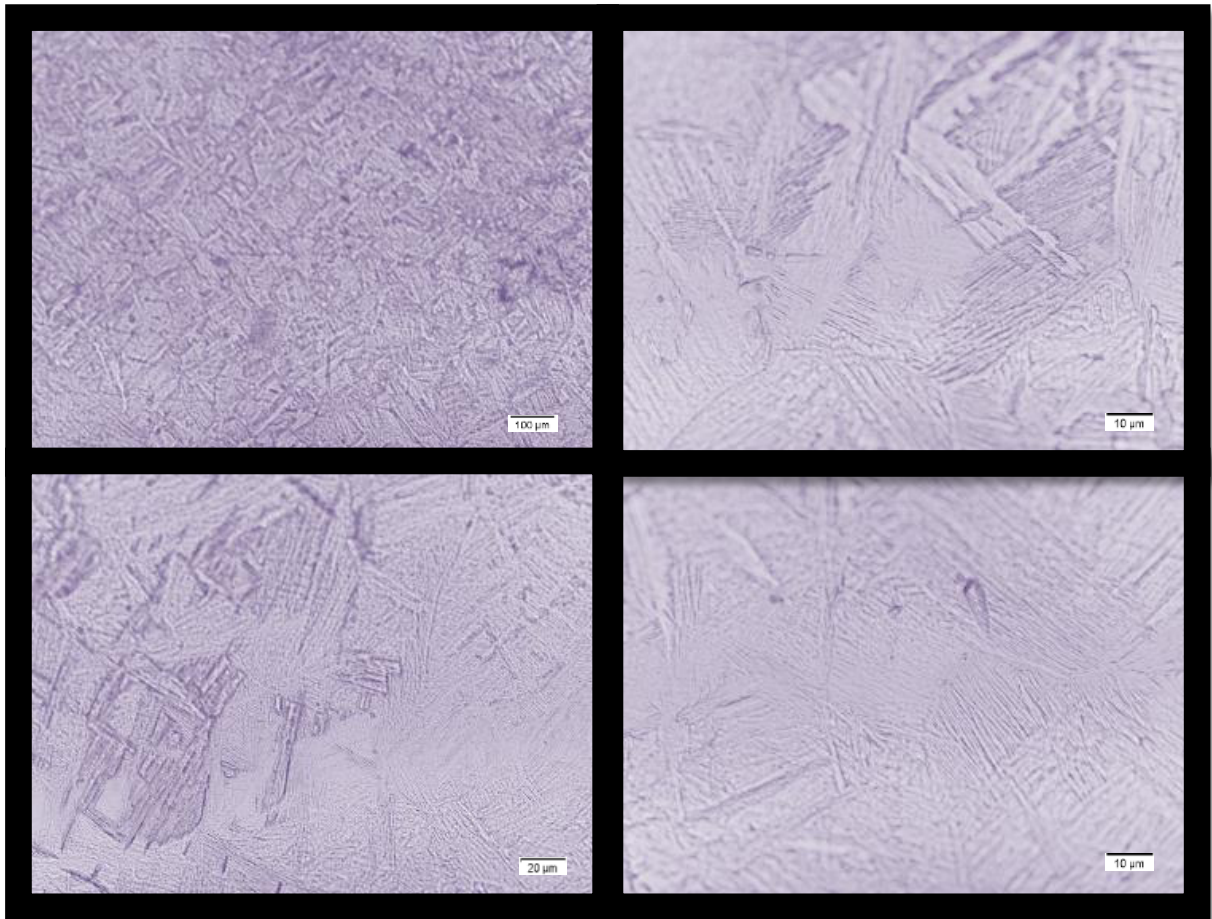


Figura 4.17.- Metalografías de la ATI 425 a 955°C a 0.01 seg⁻¹

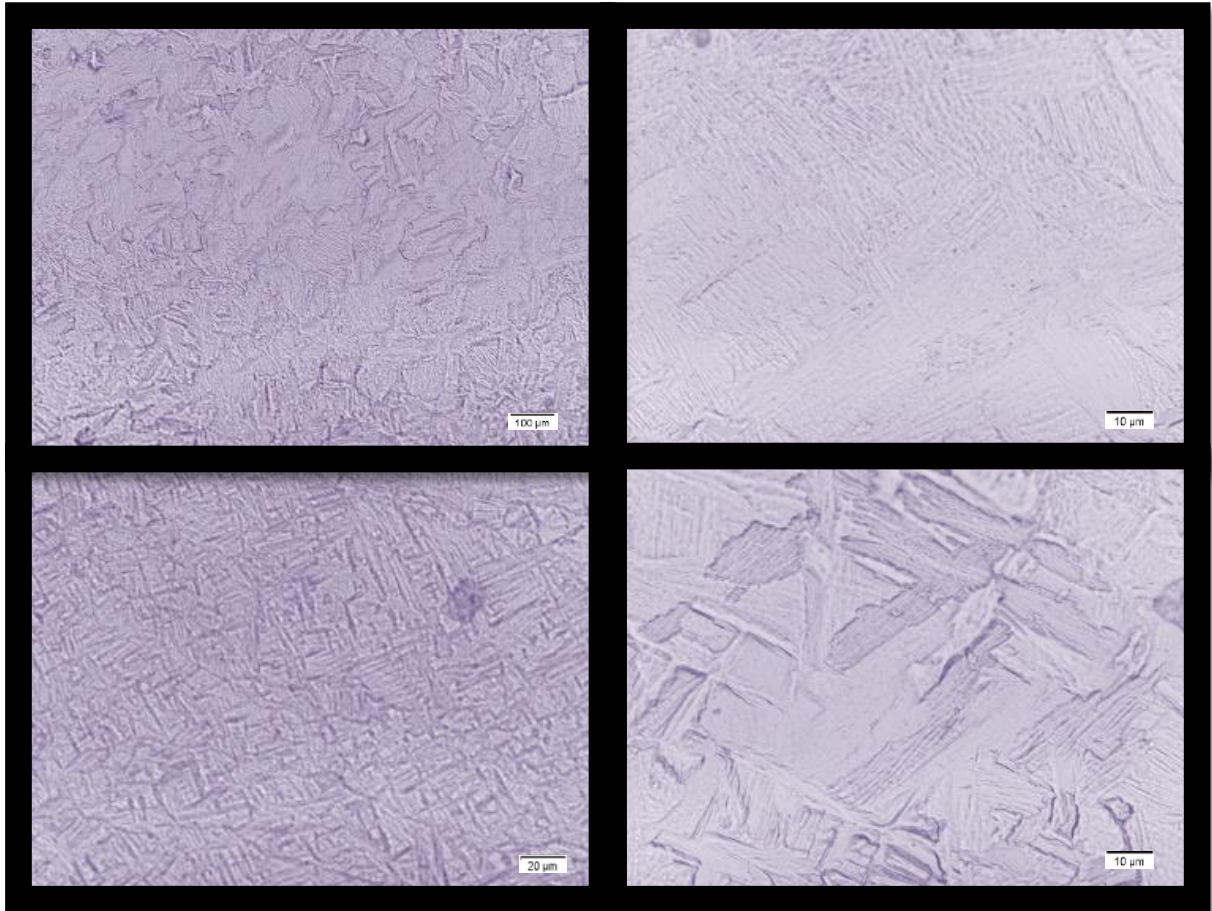


Figura 4.18.- Metalografías de la ATI 425 a 955°C a 0.1 seg⁻¹

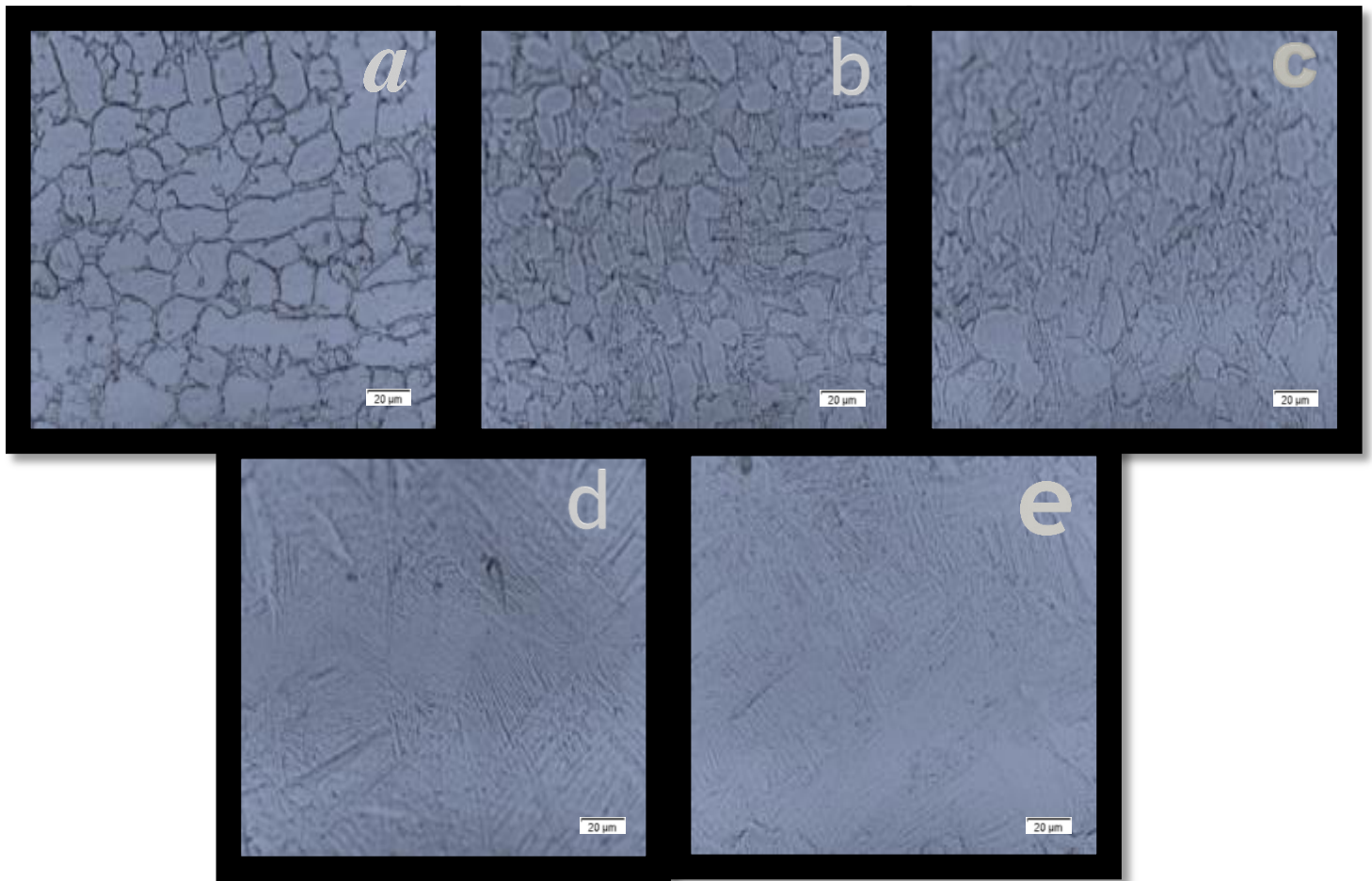


Figura 4.19.- Metalografías de la ATI 425 como se recibió y con las diferentes condiciones de trabajo termo mecánico. a) Pura, b) 905°C a 0.01 seg⁻¹, c) 905°C a 0.1 seg⁻¹, d) 955°C a 0.01 seg⁻¹, e) 955°C a 0.1 seg⁻¹.

4.7.2 Microscopio Óptico con Tratamiento Térmico.

En las siguientes imágenes observaremos el cambio micro estructural que se dio en las probetas trabajadas previamente con un tratamiento termo mecánico, en este caso se realiza un tratamiento térmico para identificar los distintos comportamientos de la microestructura.

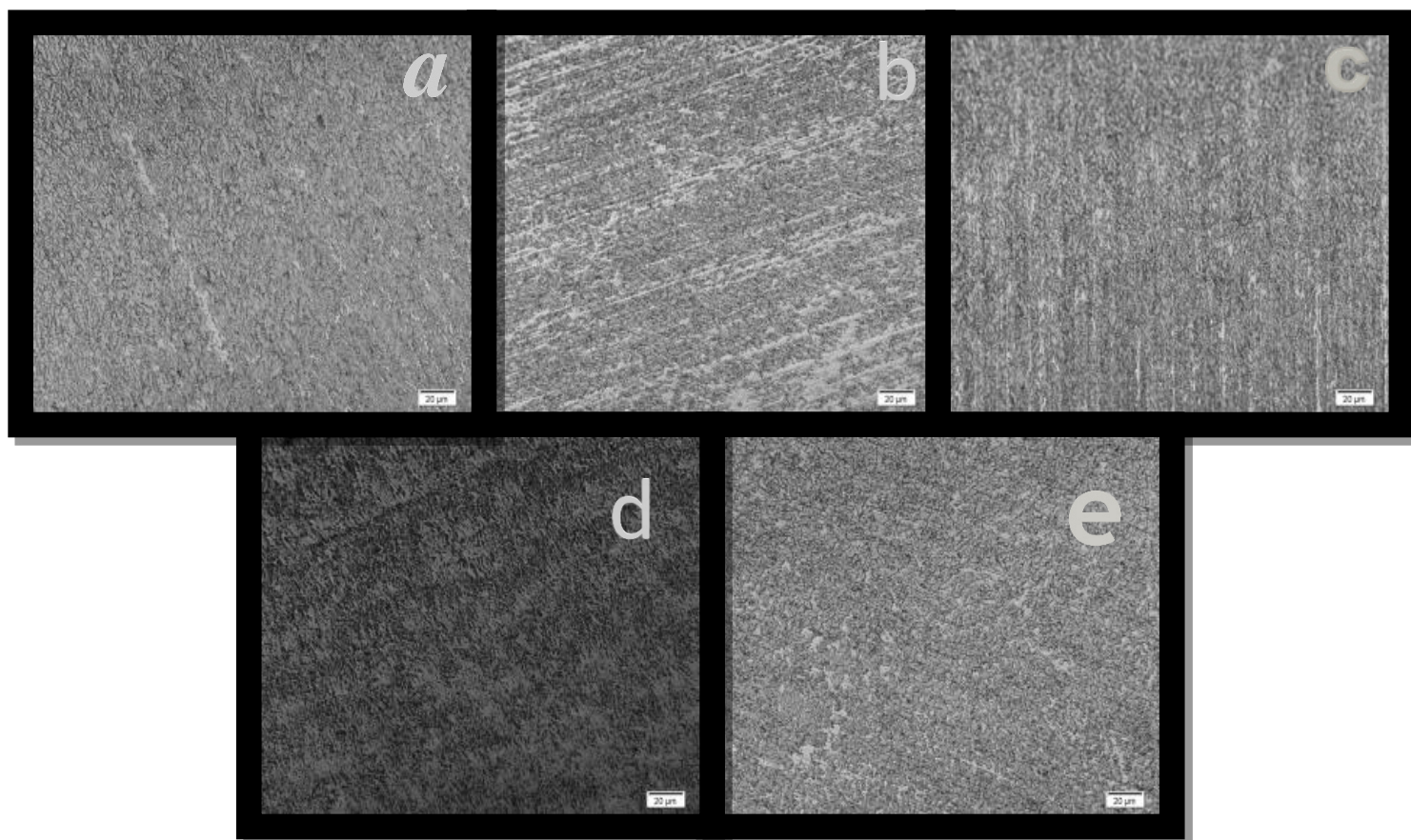


Figura 4.20.- Micrografías ópticas de aleación ATI425 tratadas térmicamente a 700 °C enfriadas al aire. a) Pura, b) 905°C a 0.01 seg⁻¹, c) 905°C a 0.1 seg⁻¹, d) 955°C a 0.01 seg⁻¹, e) 955°C a 0.1 seg⁻¹.

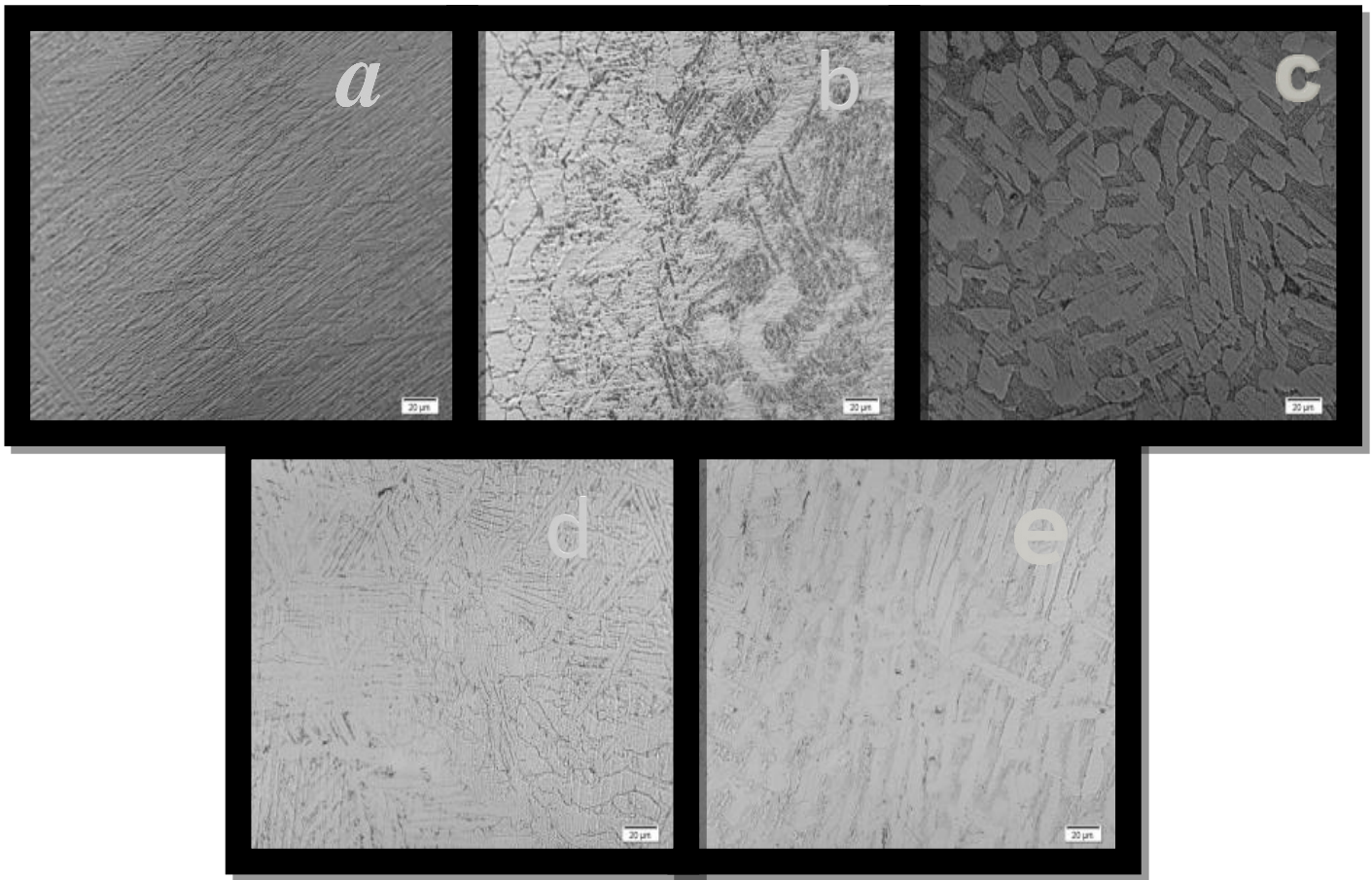


Figura 4.21.- Micrografías ópticas de aleación ATI425 tratadas térmicamente a 984 °C enfriadas al aire. a) Pura, b) 905°C a 0.01 seg⁻¹, c) 905°C a 0.1 seg⁻¹, d) 955°C a 0.01 seg⁻¹, e) 955°C a 0.1 seg⁻¹.

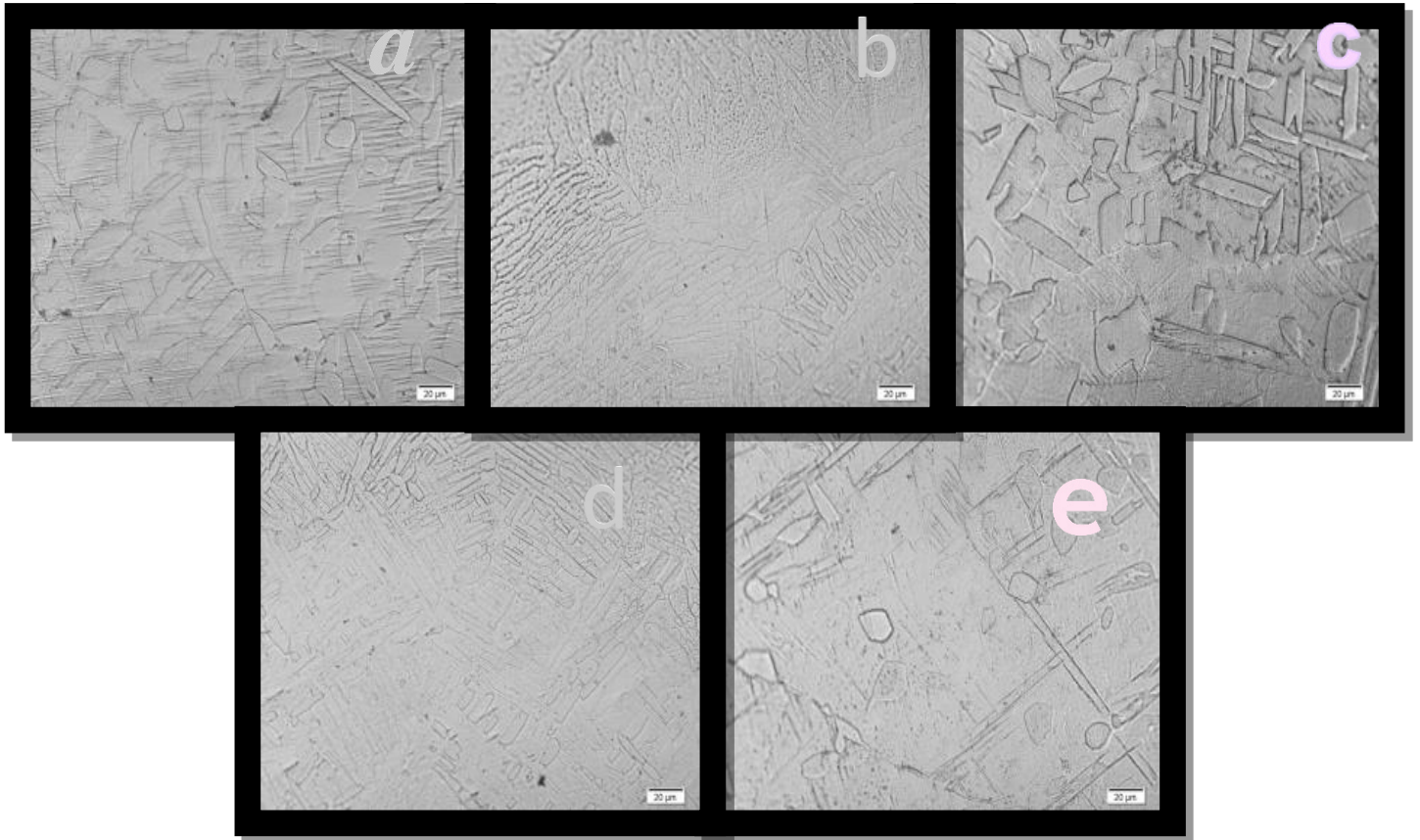


Figura 4.22.- Micrografías ópticas de aleación ATI425 tratadas térmicamente a 984 °C enfriadas al agua. a) Pura, b) 905°C a 0.01 seg⁻¹, c) 905°C a 0.1 seg⁻¹, d) 955°C a 0.01 seg⁻¹, e) 955°C a 0.1 seg⁻¹.

4.8 Microscopio Electrónico de Barrido.

Las siguientes imágenes se realizaron en el CIIIA y en EL CIIDIT respectivamente. Estas imágenes presentadas están a mil aumentos con el fin de reconocer las distintas microestructuras generadas por medio de los ya mencionados procesos de forja y de tratamientos térmicos.

4.8.1 Muestra sin trabajado.

Iniciamos con la imagen del material como se recibió sin ningún tratamiento de proceso masque la preparación metalográfica anteriormente mencionada.

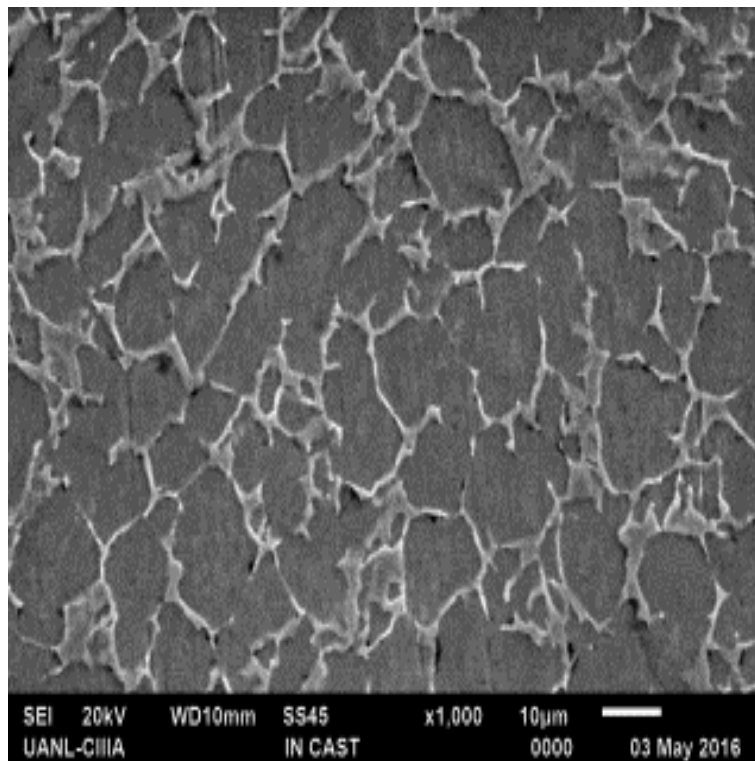


Figura 4.23 Metalografía correspondiente a la microestructura del material ATI425 sin procesado a 1000x.

4.8.2 Muestras con Tratamiento Termo-Mecánico

Posteriormente presentamos las imágenes correspondientes, a las probetas trabajadas termo-mecánicamente bajo las condiciones específicas de porcentaje de deformación de un 80% de su volumen, temperaturas de deformación de 905 y 955 °C, Así también como sus velocidades de compresión de 0.01 /seg y 0.1 /seg.

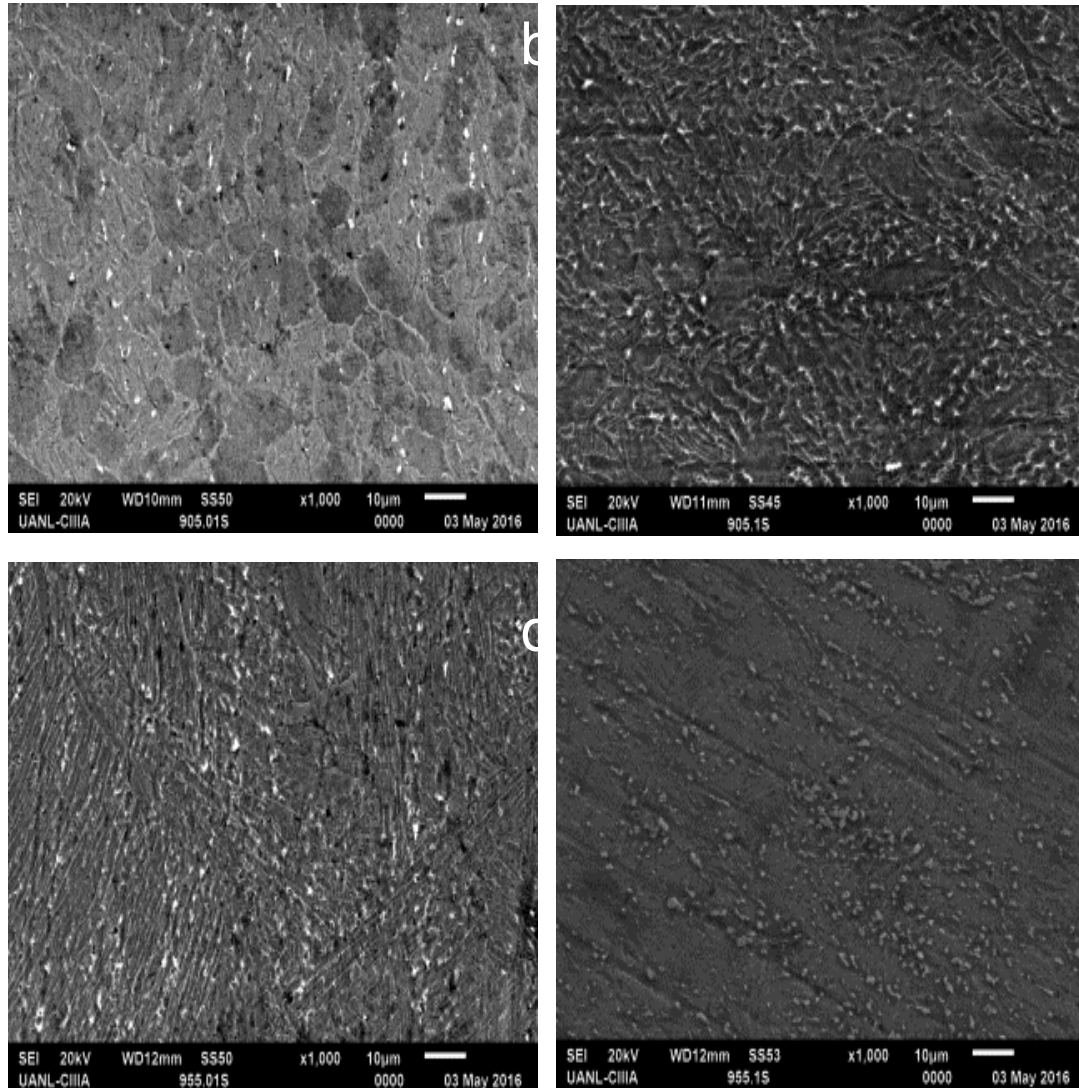


Figura 4.24 Metalografías en Micrscopio electrónico de barrido, probetas después de compresión en caliente con un porcentaje de deformación de 80% de A) 905 C° a 0.01/seg, B)) 905 C° a 0.1/seg, C)) 955 C° a 0.01/seg, D)) 955 C° a 0.1/seg

4.8.3 Muestras con Tratamiento Térmico

Continuamos con la diferenciación de cada una de las piezas trabajadas por medio de su tratamiento térmico posterior al trabajo termo-mecánico. Las presentaremos en orden de menor a mayor temperatura y de menor a mayor velocidad de deformación.

Muestras sin tratamiento termo-mecánico pero con tratamiento térmico con temperaturas de 700 y 984 °C con enfriamientos al aire y agua.

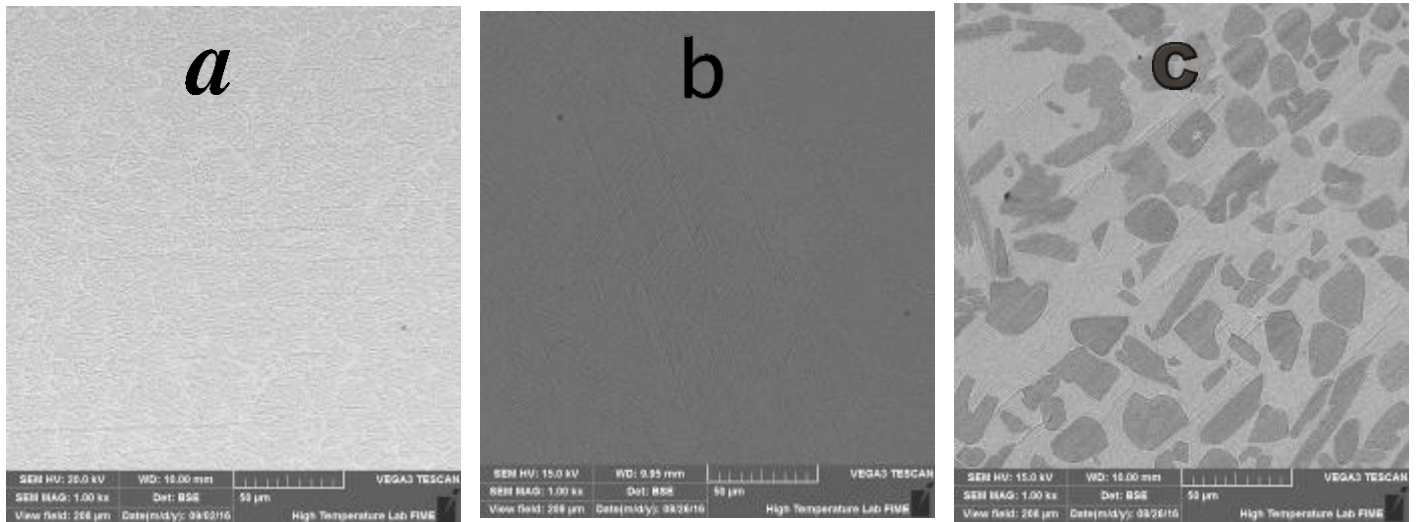


Figura 4.25.- Muestra cómo se recibió sin tratamiento termo-mecánico con tratamiento térmico. De izquierda a derecha Temperatura y medio de enfriamiento a) 700 al aire, b) 984 al aire, c) 984 al agua.

Esta imagen corresponde a la condición de 905°C 0.01/seg

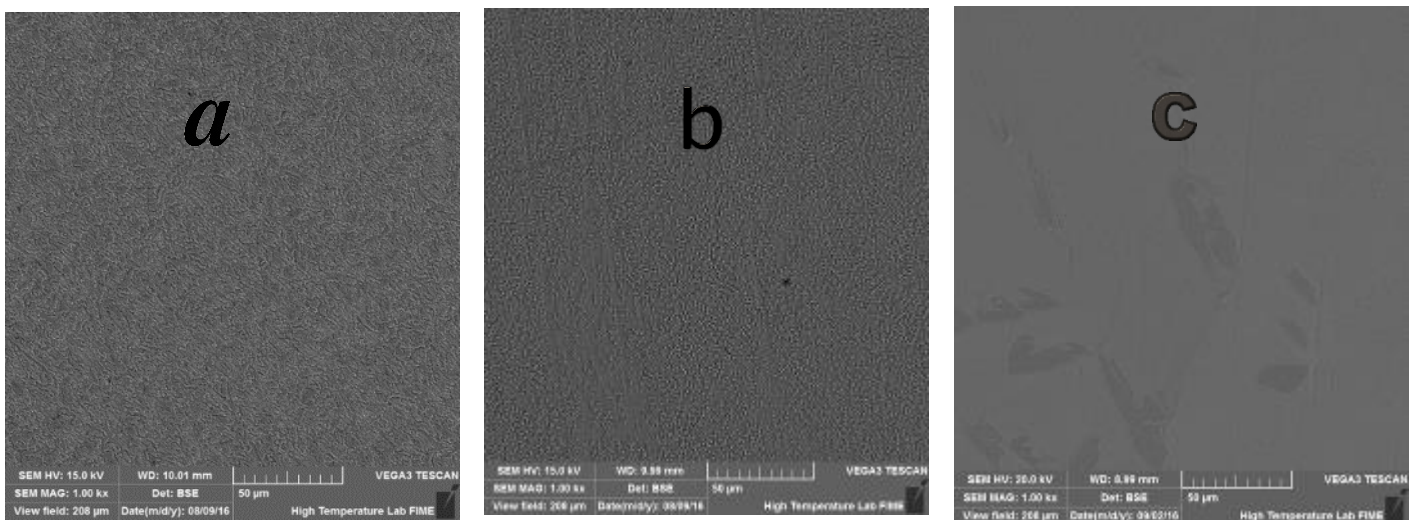


Figura 4.26.- Muestra 905 0.01/seg De izquierda a derecha Temperatura y medio de enfriamiento a) 700 al aire, b) 984 al aire, c) 984 al agua.

La siguiente muestra pertenece a 955 °C con velocidad de deformación 0.01 /seg

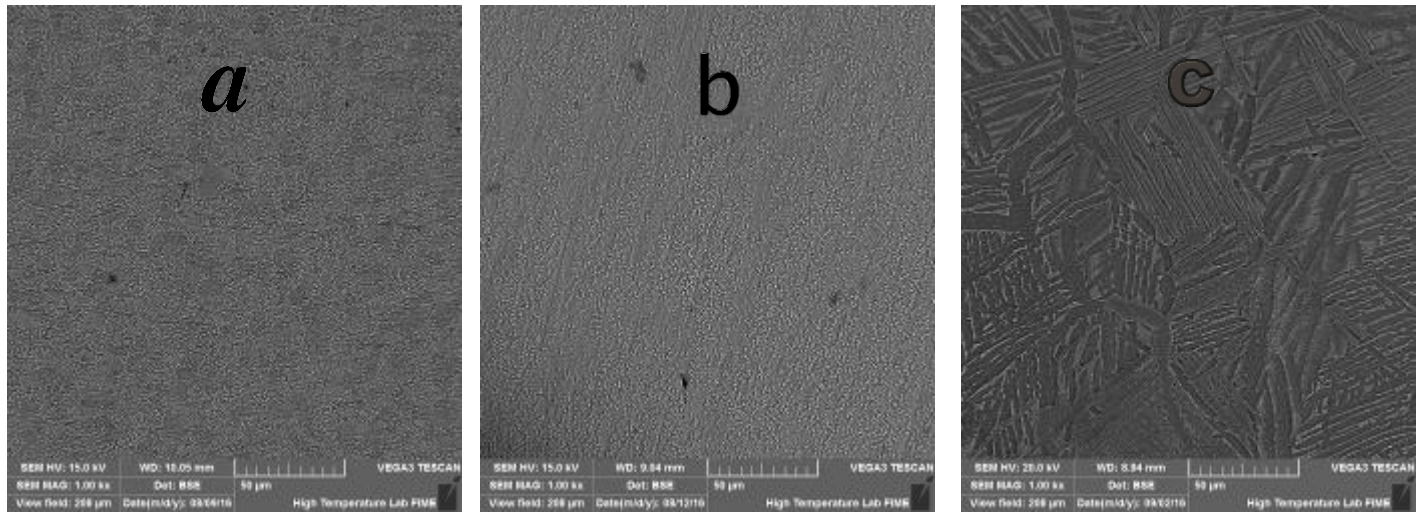


Figura 4.27.- Muestra 955 0.01/seg De izquierda a derecha Temperatura y medio de enfriamiento a) 700 al aire, b) 984 al aire, c) 984 al agua.

La siguiente muestra pertenece a 905 °C con velocidad de deformación 0.1 /seg

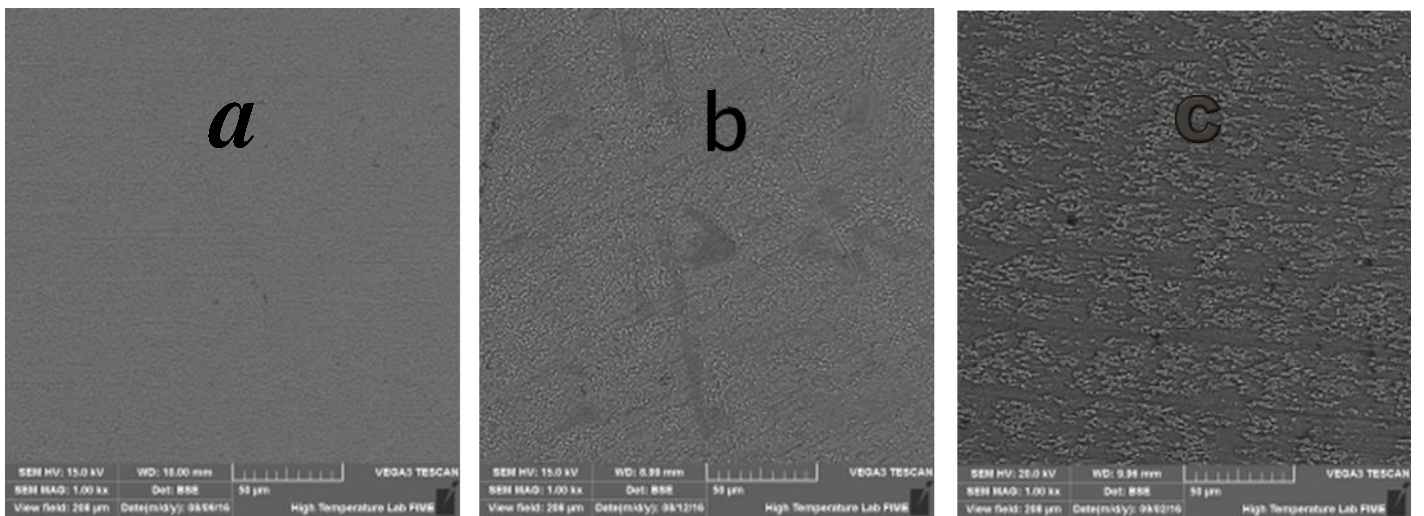


Figura 4.28.- Muestra 905 0.1/seg De izquierda a derecha Temperatura y medio de enfriamiento a) 700 al aire, b) 984 al aire, c) 984 al agua.

La siguiente muestra pertenece a 955 °C con velocidad de deformación 0.1 /seg

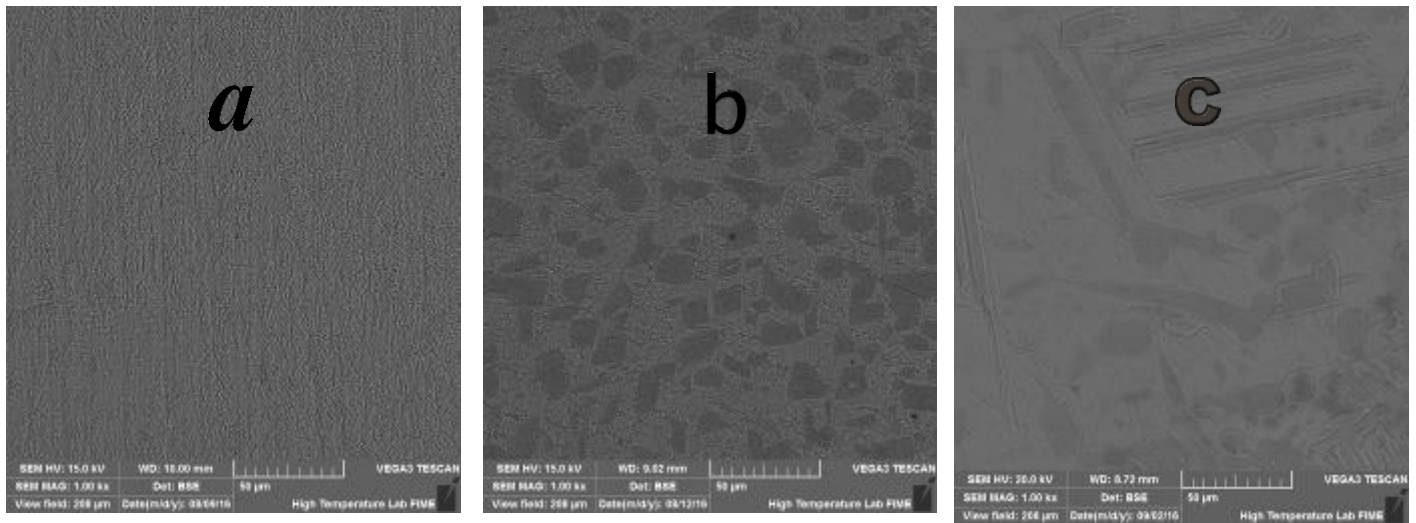


Figura 4.29.- Muestra 955 0.1/seg De izquierda a derecha Temperatura y medio de enfriamiento a) 700 al aire, b) 984 al aire, c) 984 al agua.

4.9 Ensayo de Micro dureza.

Se generaron ensayos de micro dureza como el material se recibió, al hacerle tratamiento termo mecánico de compresión a diferentes temperaturas y velocidades, así como al realizarle un tratamiento térmico de solubilizado y envejecido después del tratamiento termo mecánico. La tabla muestra las mediciones de micro-durezas en una sección determinada del material. Los parámetros empleados de acuerdo a la norma ASTM E-384 son:

Micro-Dureza	IN-CAST
HV	383
HRC	39

Tabla 4.2.- Tabla de Micro-durezas de la ATI 425 como se recibió.

Micro-Dureza	905°C a 0.01 seg ⁻¹	905°C a 0.1 seg ⁻¹
HV	401	389
HRC	41	40

Tabla 4.3.- Tabla de Micro-durezas de la ATI 425 con tratamiento termo mecánico con condiciones a parámetros específicos 905 °C y velocidades distintas.

Micro-Dureza	955°C a 0.01 seg ⁻¹	955°C a 0.1 seg ⁻¹
HV	387	362
HRC	40	37

Tabla 4.4.- Tabla de Micro durezas de la ATI 425 con tratamiento termo mecánico con condiciones a parámetros específicos 955 °C y velocidades distintas

Micro-Dureza	AS CAST	905°C a 0.01 seg ⁻¹	905°C a 0.1 seg ⁻¹	955°C a 0.01 seg ⁻¹	955°C a 0.1 seg ⁻¹
TT 700°C Aire					
HV	377	385	527	441	422
HRC	39	40	51.5	45	42.5

Tabla 4.5.- Tabla de Micro durezas de la ATI 425 con tratamiento termo mecánico con velocidades y temperaturas distintas a un tratamiento térmico de 700°C enfriado al aire.

Micro-Dureza	AS CAST	905°C a 0.01 seg ⁻¹	905°C a 0.1 seg ⁻¹	955°C a 0.01 seg ⁻¹	955°C a 0.1 seg ⁻¹
TT 984°C Aire					
HV	394	400	527	441	531
HRC	41	41.7	51.4	45.1	51.7

Tabla 4.6.- Tabla de Micro durezas de la ATI 425 con tratamiento termo mecánico con velocidades y temperaturas distintas a un tratamiento térmico de 984°C enfriado al aire.

Micro-Dureza	AS CAST	905°C a 0.01 seg ⁻¹	905°C a 0.1 seg ⁻¹	955°C a 0.01 seg ⁻¹	955°C a 0.1 seg ⁻¹
TT 984°C Agua					
HV	539	502	544	511	620
HRC	52	49.8	52.3	50.45	55.3

Tabla 4.7.- Tabla de Micro durezas de la ATI 425 con tratamiento termo mecánico con velocidades y temperaturas distintas a un tratamiento térmico de 984°C enfriado al agua.

Capítulo 5

Discusión

En el siguiente capítulo se toma en cuenta los resultados de la experimentación con el fin de analizar o diferenciar los productos de cada uno de los tratamientos térmicos y mecánicos que se aplicaron al material, en base a los análisis de difracción de rayos X, microscopia electrónica de barrido y micro dureza.

5.1 Difracción de rayos X

En el capítulo cuatro de resultados se encuentran los difractogramas generados por seis muestras elegidas por su análisis en SEM, diferenciándolas por su morfología micro estructural. En la figura 4.2 se observa la el análisis del material sin ningún tratamiento termo-mecánico o térmico, esta primera imagen nos servirá de base para comparar diferencias contra las muestras ya tratadas.

La figura 4.3 muestra una mayor cantidad de fase beta mientras que la figura 4.5, 4.6, 4.7 se muestra también un incremento en la fase beta, en la 4.4 se nota la predominancia casi total de la fase alfa. Los parámetros de red predominantes cambian según la condición de cada probeta lo que indica que se generaron diferentes microestructuras en el material.

Para este proyecto se utilizaron temperaturas para los tratamientos térmicos y termo-mecánicos superiores a las de transición de alfa hacia beta. Por lo que corresponde los resultados de la difracción de rayos x a que se encuentran conjugadas las fases alfa y beta, según lo esperado en la literatura.

5.2 Microscopia electrónica de barrido

En este apartado observamos físicamente los cambios que se encontraron en la microestructura debido a los tratamientos que se aplicaron al material, también se explicara que sucedió con cada una de las condiciones.

1. Muestra sin tratamiento

Se observa en la muestra un grano equiaxial homogéneo en la pieza, con un tamaño de grano aproximado de 15 micras. Con mayor predominante presencia de fase α .

2. Muestra con tratamiento termo-mecánico.

- a)** 905 C° a 0.01/seg 80%.- Se observa un cambio inicial en el cual la fase α inicia su combinación con delgadas laminas que toman el área del grano equiaxial. Generando así una modificación microestructural de aproximadamente un 70% α y un 30 % laminas delgadas. El tamaño de grano similar al inicial. La muestra se observa homogénea.
- b)** 905 C° a 0.1/seg. 80%.- Se observa la continuación del cambio de microestructura esta vez aproximadamente 50% equiaxiales y 50% laminas delgadas. La muestra es mas heterogenea en un área se mantiene mayormente como la muestra anterior y por otro lado predominan las laminas delgadas. Un tamaño de grano aproximado de 10 micras equiaxiales y 3 micras laminas delgadas.
- c)** 955 C° a 0.01/seg. 80%.- Se observa la continuación del cambio en la estructura, esta ocacion las agujas han predominado en la muestra manteniendo casi el 90%, se hace homogénea la muestra y las agujas presentan un tamaño de grano aproximado de 1 a 2 micras.
- d)** 955 C° a 0.1/seg. 80%.- Se observa la presencia nuevamente de las láminas delgadas esta ocasión con una mayor definición de sus bordes y ligeramente se pueden apreciar los límites de grano de los ausentes equiaxiales. El tamaño de grano oscila alrededor de las 1 a 3 micras de diámetro. Es homogénea.

3. Muestra con tratamiento térmico y termo-mecánico.

I. 700 °C por 1 hr enfriadas al aire.

Estas muestras presentan un tamaño de grano muy refinado a comparación con la prueba inicial, aproximadamente de 0.5 a 1.5 micras. Se muestra una pieza homogénea y equiaxial. Estas observaciones son para todas las condiciones de compresión en caliente antes mencionadas.

II. 984 °C por 1 hr enfriadas al aire.

- a)** 905°C a 0.01 seg⁻¹, 80%.- Se observa al centro de la pieza granos equiaxiales refinados mezclados con láminas delgadas y en la periferia se observa los granos equiaxiales muy parecidos a la pieza sin tratamientos, solo que estos granos son un poco más pequeños.
- b)** 905°C a 0.1 seg⁻¹, 80%.- Se observan los grano equiaxiales ahora más similares a la pieza inicial que los anteriores, su tamaño de grano es oscila entre las 10 y 20 micras de diámetro, a su vez se combinan con las agujas de aproximadamente 1 o 2 micrómetros, es una área homogénea.
- c)** 955°C a 0.01 seg⁻¹, 80%.- Se observan laminas no tan delgadas de aproximadamente 2 a 4 micrómetros y se observan también los equiaxiales que miden alrededor de 10 micrómetros. Es una pieza homogénea.
- d)** 955°C a 0.1 seg⁻¹, 80%.- Se observa una microestructura muy similar a la anterior solo que las agujas van creciendo con un tamaño aproximado de 4 a 7 micrómetros. También es homogénea.

III. 984 °C por 1 hr enfriadas al agua.

- a) 905°C a 0.01 seg⁻¹, 80%.- Se observan Dos tipos de láminas unas más delgadas que otras, las primeras aproximadamente de un tamaño de 0.5 a 1 micrómetros y las siguientes de 4 a 6 micrómetros, aunado a esto se presentan granos equiaxiales. En proporción de 45%, 35% y 20% respectivamente. Es homogénea.
- b) 905°C a 0.1 seg⁻¹, 80%.- Se observa en esta muestra que siguen presentes las tres fases pero en esta ocasión las láminas son un poco más grandes, las más chicas son de aproximadamente 1 a 3 micras, 10 a 20 micras respectivamente así como los equiaxiales tienen una medida de alrededor de 20 a 30 micras.
- c) 955°C a 0.01 seg⁻¹, 80%.- Se observa en esta muestra un cambio en comparación a las anteriores, esta ocasión existen agujas anchas y granos equiaxiales en proporción de 85% y 15% respectivamente. Sus medidas oscilan alrededor de los 20 a 30 micrómetros.
- d) 955°C a 0.1 seg⁻¹, 80%.- Se observa una zona predominante lisa probablemente debido al tamaño de grano equiaxial muy fino, también se ven pocos equiaxiales y láminas delgadas desvaneciéndose. Es homogénea.

5.3 Micro dureza

Los ensayos de micro-dureza demostraron que si afectan los trabajos de tratamiento térmico y termo-mecánico. Se indica que al inicio del proyecto la muestra que no tenía ninguna modificación resultaba con una dureza de 383 HV, mientras que las probetas trabajadas con el tratamiento termo-mecánico generalmente presentaron durezas muy similares en comparación con la probeta sin trabajado.

Se presenta una gran diferencia al comparar la probeta virgen y las que ya han sido sometidas a tratamientos térmicos y termo-mecánico. Mostrando una diferencia aproximadamente de:

- 700 °C @ 1hr al Aire: Aproximadamente un incremento de 13% más que la probeta sin tratamientos.
- 984 °C @ 1hr al Aire: Aproximadamente un incremento de 18% más que la probeta sin tratamientos.
- 984 °C @ 1hr al Agua: Aproximadamente un incremento de 41% más que la probeta sin tratamientos.

Se puede decir que si se pretende mejorar la dureza para este material se puede debe seguir un tratamiento térmico enfriado rápidamente.

Capítulo 6

Conclusiones y Recomendaciones

Se concluye que la aleación ATI 425 se ve afectada significativamente en sus características microestructurales al someterla a tratamientos térmicos y termomecánicos.

En general mejoro la dureza por arriba del 10% comparándola con el material sin tratamiento que los que sí tuvieron tratamientos térmicos.

Se obtuvieron diferentes fases en la microestructura los cuales fueron granos equiaxiales, equiaxiales muy refinados, laminas muy delgadas, laminas delgadas, y laminas anchas. Cada una de estos resultados dirige a su correspondiente uso y aplicación.

Se recomienda que se obtienen las mejores propiedades de dureza y un grano más refinado y homogéneo es cuando la trabaja a 955 °C, 80% de deformación a una velocidad de 0.1 1/seg con un tratamiento térmico de 984C° enfriado al agua.

Bibliografía.

- Askeland, D. (1998). *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Internacional Tomson Editores.
- ASTM. (n.d.). *E112 - 13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*.
- Bogner, A., Jouneau, P.-H., Thollet, G., Basset, D., & Gauthier, C. (2007). A history of scanning electron microscopy developments: Towards “wet-STEM” imaging. *Elsevier*.
- Callister, W., & Rethwisch, D. (2010). *Materials Science and Engineering an Introduction*. John Wiley & Sons, Inc. .
- Dieter. (1988). *Mechanical Metallurgy SI Metric Edition*. McGraw-Hill Book.
- *A study at understanding the mechanisms governing the high cycle fatigue and final fracture behavior of the titanium alloy: Ti-4Al-2.5V*
T.S. Srivatsan a,* , Mithun Kuruvilla a, Lisa Park b
- *Ati 425 Alloy formability: Theory and application* David Brian
- *Behavior and modeling of high temperature deformation of an A+B titanium alloy*. Yadong Qua, Minmin Wanga, Liming Lei b,c, Xu Huangb, Liqiang Wanga, Jining Qina, Weijie Lua,* , Di Zhanga
- *Fatigue of beta processed and beta heat-treated titanium alloys*
Whanhil. R; Barter S 2012

- *Phase evolution in hot forging of dual phase titanium alloys: Experiments and numerical analysis* Stefania Bruschi, Gianluca Buffa*, Antonino Ducato, Livan Frattini, Andrea Ghiotti
- Artiaga R., Garcia A., Varela A., Mier J. I., Naya S. Graña N., (2012). *DTMA Study Nickel Titanium*. Journal of thermal analysis and calorimetry 70.
- *Hot Tension and Compression Testing*
Dan Zhao, Johnson Controls, Inc.; Steve Lampman, ASM Int.
- *Standard Practice for Compression Tests of Metallic Materials at Elevated Temperatures with Conventional or Rapid Heating Rates and Strain Rates*, ASTM E 209-65, *Annual Book of ASTM Standards*, 1994
- A.T. Male and G.E. Dieter, *Hot Compression Testing, Workability Testing Techniques*, G.E. Dieter, Ed., American Society for Metals, 1984, p 51–72